

PCT

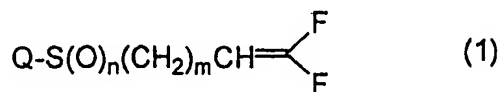
世界知的所有権機関  
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類6 C07D 213/70, 213/71, 263/46, 263/58, 235/28, 233/84, 249/04, 249/12, 257/04, 239/28, 239/46, 241/18, 231/18, 231/16, 307/64, 277/16, 277/76, 285/06, A01N 41/04, 43/08, 43/10, 43/52, 43/56, 43/50, 43/76, 43/78, 43/647, 43/653, 43/82, 43/713, 43/40, 43/54, 43/60</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO99/52874</p> <p>(43) 国際公開日 1999年10月21日(21.10.99)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/01854</p> <p>(22) 国際出願日 1999年4月8日(08.04.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/99632 1998年4月10日(10.04.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 宇部興産株式会社(UBE INDUSTRIES, LTD.)(JP/JP) 〒755-8633 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 Yamaguchi, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および</p> <p>(75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 藤井勝利(FUJII, Katsutoshi)(JP/JP) 秦野耕司(HATANO, Koji)(JP/JP) 成田 勇(NARITA, Isamu)(JP/JP) 敷田庄司(SHIKITA, Shoji)(JP/JP) 田中辰美(TANAKA, Tatsumi)(JP/JP) 中本 泰(NAKAMOTO, Yasushi)(JP/JP) 〒755-8633 山口県宇部市大字小串1978番地の5 宇部興産株式会社 宇部研究所内 Yamaguchi, (JP)</p>	<p>(74) 代理人 弁理士 津国 肇(TSUKUNI, Hajime) 〒105-0001 東京都港区虎ノ門1丁目22番12号 SVAX TSビル Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 CN, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>	
<p>(54) Title: DIFLUOROALKENE DERIVATIVES, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME, AND AGRICULTURAL OR HORTICULTURAL PEST CONTROL AGENT</p> <p>(54) 発明の名称 ジフルオロアルケン誘導体、その製法及び農園芸用の有害生物防除剤</p> <div style="text-align: center; margin: 20px 0;"> <math display="block">\text{Q-S(O)}_n(\text{CH}_2)_m\text{CH}=\begin{matrix} \text{F} \\ \text{F} \end{matrix} \quad (1)</math> </div> <p>(57) Abstract</p> <p>Difluoroalkene derivatives represented by formula (1) wherein m is an integer of 3 to 14; n is an integer of 0 to 2; and Q represents an optionally substituted, specific heteroaromatic ring; and an agricultural or horticultural pest control agent containing any of the derivatives as the active ingredient.</p>		

(57)要約

本発明は、次式 (1) :



式中、mは、3～14の整数を表し；nは、0～2の整数を表し；そして

Qは、置換または非置換の特定の複素芳香環を表す；

で示されるジフルオロアルケン誘導体、その製造方法並びにそれを有効成分として含有する農園芸用の有害生物防除剤を提供する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦  
AL アルバニア  
AM アルメニア  
AT オーストリア  
AU オーストラリア  
AZ アゼルバイジャン  
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ  
BB バルバドス  
BE ベルギー  
BF ブルキナ・ファソ  
BG ブルガリア  
BJ ベナン  
BR ブラジル  
BY ベラルーシ  
CA カナダ  
CF 中央アフリカ  
CG コンゴ  
CH スイス  
CI コートジボアール  
CM カメルーン  
CN 中国  
CR コスタ・リカ  
CU キューバ  
CY キプロス  
CZ チェッコ  
DE ドイツ  
DK デンマーク

DM ドミニカ  
EE エストニア  
ES スペイン  
FI フィンランド  
FR フランス  
GA ガボン  
GB 英国  
GD グレナダ  
GE グルジア  
GH ガーナ  
GM ガンビア  
GN ギニア  
GW ギニア・ビサオ  
GR ギリシャ  
HR クロアチア  
HU ハンガリー  
ID インドネシア  
IE アイルランド  
IL イスラエル  
IN インド  
IS アイスランド  
IT イタリア  
JP 日本  
KE ケニア  
KG キルギスタン  
KP 北朝鮮  
KR 韓国

KZ カザフスタン  
LC セントルシア  
LI リヒテンシュタイン  
LK スリ・ランカ  
LR リベリア  
LS レソト  
LT リトアニア  
LU ルクセンブルグ  
LV ラトヴィア  
MA モロッコ  
MC モナコ  
MD モルドヴァ  
MG マダガスカル  
MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア  
共和国  
ML マリ  
MN モンゴル  
MR モーリタニア  
MW マラウイ  
MX メキシコ  
NE ニジェール  
NL オランダ  
NO ノールウェー  
NZ ニュー・ジーランド  
PL ポーランド  
PT ポルトガル  
RO ルーマニア

RU ロシア  
SD スーダン  
SE スウェーデン  
SG シンガポール  
SI スロヴェニア  
SK スロヴァキア  
SL シエラ・レオネ  
SN セネガル  
SZ スワジランド  
TD チャード  
TG トーゴ  
TJ タジキスタン  
TZ タンザニア  
TM トルクメニスタン  
TR トルコ  
TT トリニダード・トバゴ  
UA ウクライナ  
UG ウガンダ  
US 米国  
UZ ウズベキスタン  
VN ヴェトナム  
YU ユーゴスラビア  
ZA 南アフリカ共和国  
ZW ジンバブエ

## 明 細 書

## ジフルオロアルケン誘導体、その製法及び農園芸用の有害生物防除剤

## 5 技術分野

本発明は、農園芸用の有害生物防除剤として有用である新規なジフルオロアルケン誘導体に関するものである。

## 従来の技術

- 10 本発明のジフルオロアルケン誘導体は、新規化合物であることから、農園芸用の有害生物防除活性を有することも知られていない。

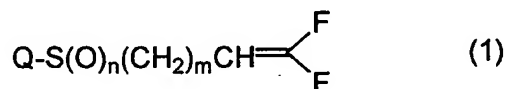
本発明の課題は、新規なジフルオロアルケン誘導体、その製法及びそれを有効成分とする農園芸用の有害生物防除剤を提供することである。

- 15 本発明者らは、前記の課題を解決するために検討した結果、新規なジフルオロアルケン誘導体が顕著な農園芸用の殺虫活性を有することを見出し、本発明を完成した。

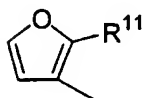
## 発明の開示

即ち、本発明は次の通りである。

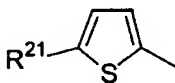
- 20 第1の発明は、次式(1)：



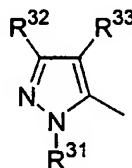
式中、mは、3～14の整数を表し、nは、0～2の整数を表し、Qは、次式で示すQ1～Q20のいずれか1つを表す：



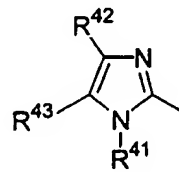
Q1



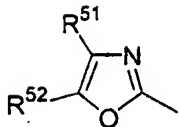
Q2



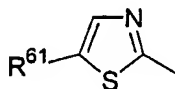
Q3



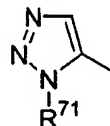
Q4



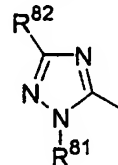
Q5



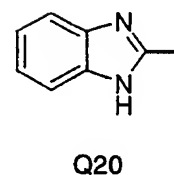
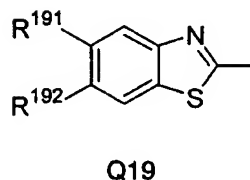
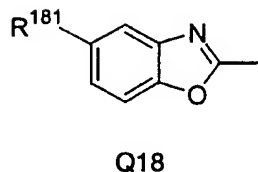
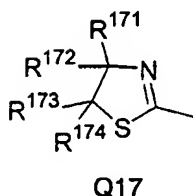
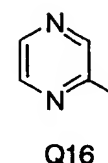
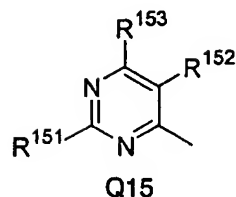
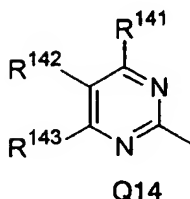
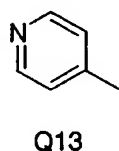
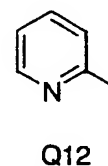
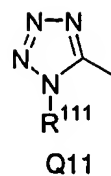
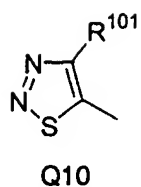
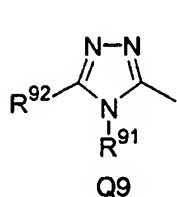
Q6



Q7



Q8



式中、R<sup>11</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し；  
 R<sup>21</sup>は、水素原子またはホルミル基を表し；R<sup>31</sup>は、水素原子または炭  
 素原子数1～4個のアルキル基を表し；R<sup>32</sup>は、水素原子または炭素原  
 子数1～4個のアルキル基を表し；R<sup>33</sup>は、水素原子またはニトロ基を  
 表し；R<sup>41</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し；  
 R<sup>42</sup>は、水素原子または-COR<sup>44</sup>を表し；R<sup>43</sup>は、水素原子または炭  
 素原子数1～4個のアルキル基を表し；R<sup>44</sup>は、炭素原子数1～4個の  
 アルコキシ基を表し；R<sup>51</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアル  
 キル基を表し；R<sup>52</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキ  
 ル基を表し；R<sup>61</sup>は、水素原子またはハロゲン原子を表し；R<sup>71</sup>は、水  
 素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し；R<sup>81</sup>は、水素原  
 子，炭素原子数1～4個のアルキル基または-COR<sup>83</sup>を表し；R<sup>82</sup>は、  
 水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し；R<sup>83</sup>は、ジメ  
 チルアミノ基を表し；R<sup>91</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアル  
 キル基を表し；R<sup>92</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のハロアル  
 キル基を表し；R<sup>101</sup>は、水素原子，炭素原子数1～4個のアルキル基  
 またはフェニル基を表し；R<sup>111</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個  
 のアルキル基を表し；R<sup>141</sup>は、水素原子，炭素原子数1～4個のアルキ  
 ル基，炭素原子数1～4個のハロアルキル基，炭素原子数1～4個のアル  
 コキシ基，炭素原子数1～4個のハロアルコキシ基，アミノ基，シア  
 ノ基または-COR<sup>144</sup>を表し；R<sup>142</sup>は、水素原子または炭素原子数1

～4個のアルキル基を表し； $R^{143}$ は水素原子，炭素原子数1～4個のアルキル基，炭素原子数1～4個のアルコキシ基またはアミノ基を表し； $R^{144}$ はアミノ基を表し； $R^{151}$ は、水素原子，炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基を表し； $R^{152}$ は、水素原子，炭素原子数1～4個のアルキル基またはハロゲン原子を表し； $R^{153}$ は、水素原子，炭素原子数1～4個のアルキル基，炭素原子数1～4個のハロアルキル基または炭素原子数1～4個のアルコキシ基を表し； $R^{171}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{172}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{173}$ は、水素原子，炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基を表し； $R^{174}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{181}$ は、水素原子またはハロゲン原子を表し； $R^{191}$ は、水素原子またはハロゲン原子を表し； $R^{192}$ は、水素原子，アミノ基，ニトロ基または炭素原子数1～4個のアルコキシ基を表す、

15 で示されるジフルオロアルケン誘導体に関するものである。

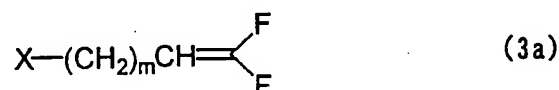
第2の発明は、次式(2)：



20 式中、Qは、前記と同義であり；Yは、水素原子又はナトリウム原子を表す、

で示される化合物と

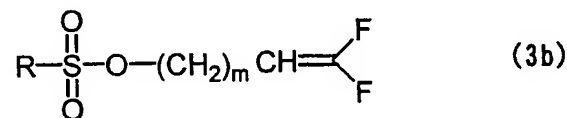
次式(3a)：



25 式中、Xは、ハロゲン原子を表し；mは、前記と同義である、

で示される化合物または、

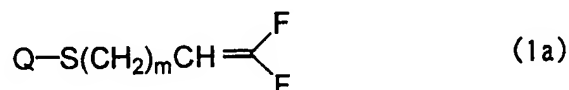
次式(3b)：



式中、Rは、炭素数1～4個のアルキル基，置換または無置換のフェニル基を表し；mは、前記と同義である、

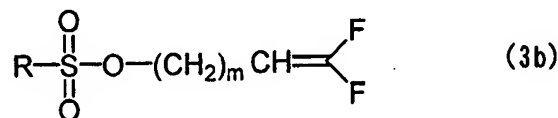
30 で示される化合物とを反応させることを特徴とする

次式(1a)：



式中、m及びQは、前記と同義である、  
で示されるジフルオロアルケン誘導体の製法に関するものである。

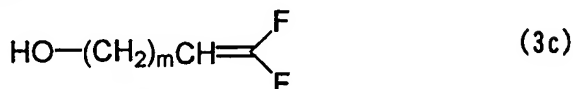
第3の発明は、次式(3b)：



5

式中、R及びmは、前記と同義である、  
で示されるスルホニルオキシ誘導体に関するものである。

第4の発明は、次式(3c)：



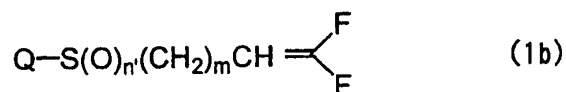
10 式中、mは、前記と同義である、  
で示されるジフルオロアルケニルアルコール誘導体を  
次式(4)：



15 式中、Rは、前記と同義である、  
で示される塩化スルホニル誘導体とを反応させることを特徴とする前記記載の  
式(3b)で示されるスルホニルオキシ誘導体の製法に関するものである。

第5の発明は、前記の式(1a)で示される化合物を酸化剤と反応させるこ  
とを特徴とする

次式(1b)：



20 式中、m及びQは、前記と同義であり；n'は、1又は2を表す、  
で示されるジフルオロアルケン誘導体の製法に関するものである。

第6の発明は、前記の式(1)で示されるジフルオロアルケン誘導体を有効  
成分とする農園芸用の有害生物防除剤に関するものである。

25 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明について詳細に説明する。

前記の各式(1)，(1a)，(1b)，(2)，(3a)，(3b)，(3c)又は(4)で示される化合物を、各々化合物(1)，(1a)，(1b)，

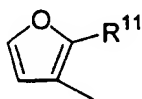
(2), (3 a), (3 b), (3 c) 又は (4) とともに記載する。

前記の化合物で表した各種の置換基などは、次の通りである。

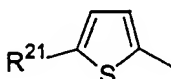
mは、3～14の整数であるが；好ましくは、3～10の整数である。

nは、0～2の整数である。

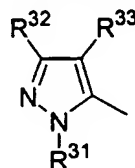
5 Qは、次式で示すQ1～Q20のいずれか1つを表す。



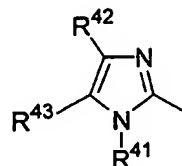
Q1



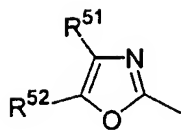
Q2



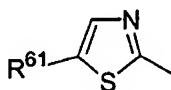
Q3



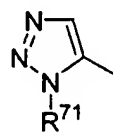
Q4



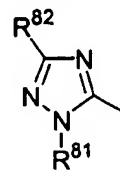
Q5



Q6



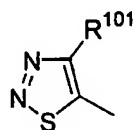
Q7



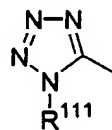
Q8



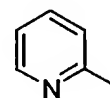
Q9



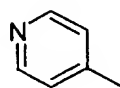
Q10



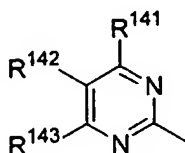
Q11



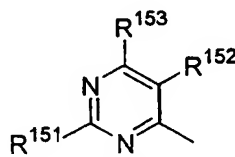
Q12



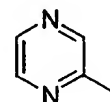
Q13



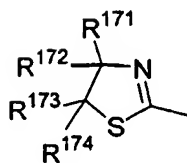
Q14



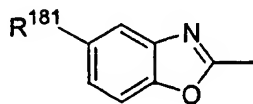
Q15



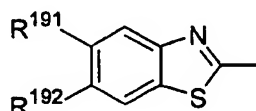
Q16



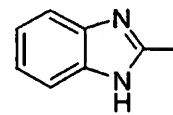
Q17



Q18



Q19



Q20

以下、QがQ1～Q20で表される式(1)を、それぞれ、式(Q1)～(Q20)と称し；式(Q1)～(Q20)で示される化合物を、それぞれ、化合物(Q1)～(Q20)と称する。そして、式(Q1)～(Q20)は、後述の表2～33に示した通りであり、化合物(Q1)～(Q20)の具体的な化合物は次の通りである。

化合物(Q1)の具体的例としては、例えば、後述の表2中に記載した化合

物(1-1)～化合物(1-3)を挙げることができる。

化合物(Q 2)の具体的例としては、例えば、後述の表3中に記載した化合物(2-1)～化合物(2-6)を挙げることができる。

5 化合物(Q 3)の具体的例としては、例えば、後述の表4中に記載した化合物(3-1)～化合物(3-6)を挙げることができる。

化合物(Q 4)の具体的例としては、例えば、後述の表5中に記載した化合物(4-1)～化合物(4-12)を挙げることができる。

化合物(Q 5)の具体的例としては、例えば、後述の表6中に記載した化合物(5-1)～化合物(5-9)を挙げることができる。

10 化合物(Q 6)の具体的例としては、例えば、後述の表7中に記載した化合物(6-1)～化合物(6-9)を挙げることができる。

化合物(Q 7)の具体的例としては、例えば、後述の表8中に記載した化合物(7-1)～化合物(7-6)を挙げることができる。

15 化合物(Q 8)の具体的例としては、例えば、後述の表9中に記載した化合物(8-1)～化合物(8-15)を挙げることができる。

化合物(Q 9)の具体的例としては、例えば、後述の表10中に記載した化合物(9-1)～化合物(9-9)を挙げることができる。

化合物(Q 10)の具体的例としては、例えば、後述の表11中に記載した化合物(10-1)～化合物(10-30)を挙げることができる。

20 化合物(Q 11)の具体的例としては、例えば、後述の表12中に記載した化合物(11-1)～化合物(11-6)を挙げることができる。

化合物(Q 12)の具体的例としては、例えば、後述の表13中に記載した化合物(12-1)～化合物(12-3)を挙げることができる。

25 化合物(Q 13)の具体的例としては、例えば、後述の表14中に記載した化合物(13-1)～化合物(13-3)を挙げることができる。

化合物(Q 14)の具体的例としては、例えば、後述の表15中に記載した化合物(14-1)～化合物(14-36)を挙げることができる。

化合物(Q 15)の具体的例としては、例えば、後述の表16中に記載した化合物(15-1)～化合物(15-30)を挙げることができる。

30 化合物(Q 16)の具体的例としては、例えば、後述の表17中に記載した化合物(16-1)～化合物(16-3)を挙げることができる。

化合物(Q 17)の具体的例としては、例えば、後述の表18中に記載した化合物(17-1)～化合物(17-21)を挙げることができる。

35 化合物(Q 18)の具体的例としては、例えば、後述の表19中に記載した化合物(18-1)～化合物(18-6)を挙げることができる。

化合物(Q 19)の具体的例としては、例えば、後述の表20中に記載した化合物(19-1)～化合物(19-15)を挙げることができる。

化合物(Q 20)の具体的例としては、例えば、後述の表21中に記載した

化合物(20-1)～化合物(20-3)を挙げることができる。

上記した式(Q1)～(Q20)の中で、本発明においては、Q6、Q10、Q14、Q15、Q18及びQ19が好ましく、Q6及びQ10が特に好ましい。

5 R<sup>11</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

R<sup>11</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

R<sup>21</sup>は、水素原子またはホルミル基である。

R<sup>31</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

10 R<sup>31</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

R<sup>32</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

R<sup>32</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

15 R<sup>33</sup>は、水素原子またはニトロ基である。

R<sup>41</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

R<sup>41</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

R<sup>42</sup>は、水素原子または-COR<sup>44</sup>である。

20 R<sup>43</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

R<sup>43</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

R<sup>44</sup>は、炭素原子数1～4個のアルコキシ基である。

25 R<sup>44</sup>におけるアルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは、OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>である。

R<sup>51</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

R<sup>51</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

R<sup>52</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

30 R<sup>52</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

R<sup>61</sup>は、水素原子またはハロゲン原子である。

35 R<sup>61</sup>におけるハロゲン原子としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などを挙げることができるが；好ましくは、塩素原子または臭素原子である。

R<sup>71</sup>は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

R<sup>71</sup>におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくはCH<sub>3</sub>である。

$R^{81}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基または $-COR^{83}$ である。

$R^{81}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ または $C_2H_5$ である。

5  $R^{82}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

$R^{82}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは、 $t-C_4H_9$ である。

$R^{83}$ は、ジメチルアミノ基である。

$R^{91}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

10  $R^{91}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{92}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のハロアルキル基である。

$R^{92}$ におけるハロアルキル基としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などのハロゲン原子を有する直鎖状又は分岐状のアルキル基を挙げることができるが；好ましくは、ハロゲン原子がフッ素原子のものであり；  
15 さらに好ましくは、 $CF_3$ である。

$R^{101}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基である。

$R^{101}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ または $C_2H_5$ である。  
20

$R^{111}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

$R^{111}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{141}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のハロアルキル基、炭素原子数1～4個のアルコキシ基、炭素原子数1～4個のハロアルコキシ基、アミノ基、シアノ基または $-COR^{144}$ である。  
25

$R^{141}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{141}$ におけるハロアルキル基としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などのハロゲン原子を有する直鎖状又は分岐状のアルキル基を挙げることができるが；好ましくは、ハロゲン原子がフッ素原子のものであり；  
30 さらに好ましくは、 $CF_3$ である。

$R^{141}$ におけるアルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは、 $OCH_3$ である。

35  $R^{141}$ におけるハロアルコキシ基としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などのハロゲン原子を有する直鎖状又は分岐状のアルコキシ基を挙げることができるが；好ましくは、ハロゲン原子がフッ素原子のものであり；さらに好ましくは、 $OCH_2CF_3$ である。

$R^{142}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

$R^{142}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

5  $R^{143}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のアルコキシ基またはアミノ基である。

$R^{143}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{143}$ におけるアルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは、 $OCH_3$ である。

10  $R^{144}$ は、アミノ基である。

$R^{151}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基である。

$R^{151}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $n-C_3H_7$ 、 $i-C_3H_7$ または $cyc-C_3H_7$ である。

15  $R^{152}$ は、水素原子、ハロゲン原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

$R^{152}$ におけるハロゲン原子としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などを挙げることができるが；好ましくは、塩素原子である。

20  $R^{152}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{153}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のハロアルキル基または炭素原子数1～4個のアルコキシ基である。

$R^{153}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ または $C_2H_5$ である。

25  $R^{153}$ におけるハロアルキル基としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などのハロゲン原子を有する直鎖状又は分岐状のアルキル基を挙げることができるが；好ましくは、ハロゲン原子がフッ素原子のものであり；さらに好ましくは、 $CHFCH_3$ である。

30  $R^{153}$ におけるアルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは、 $OCH_3$ である。

$R^{171}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

$R^{171}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ 、 $C_2H_5$ または $i-C_3H_7$ である。

$R^{172}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

35  $R^{172}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{173}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基である。

$R^{173}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{174}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基である。

5  $R^{174}$ におけるアルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは $CH_3$ である。

$R^{181}$ は、水素原子またはハロゲン原子である。

$R^{181}$ におけるハロゲン原子としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などを挙げることができるが；好ましくは、塩素原子である。

$R^{191}$ は、水素原子またはハロゲン原子である。

10  $R^{191}$ におけるハロゲン原子としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などを挙げることができるが；好ましくは、塩素原子である。

$R^{192}$ は、水素原子、アミノ基、ニトロ基または炭素原子数1～4個のアルコキシ基である。

15  $R^{192}$ におけるアルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができるが；好ましくは、 $OC_2H_5$ である。

Xは、ハロゲン原子、メタンスルホニルオキシ基またはp-トルエンスルホニルオキシ基である。

20 Xにおけるハロゲン原子としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子及びフッ素原子などを挙げることができるが；好ましくは塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子である。

Yは、水素原子またはナトリウム原子である。

化合物(1)としては、前記の各種の置換基を組み合わせたものを挙げることができるが、薬効の面から好ましいものは、次の通りである。

- (1)  $R^{21}$ が水素原子であり、mが4であり、nが0である化合物(Q2)。
- 25 (2)  $R^{41}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ が水素原子であり、mが4であり、nが0である化合物(Q4)。
- (3)  $R^{41}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ が水素原子であり、mが4であり、nが1である化合物(Q4)。
- 30 (4)  $R^{41}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ が水素原子であり、mが4であり、nが2である化合物(Q4)。
- (5)  $R^{61}$ が水素原子であり、mが4であり、nが0である化合物(Q6)。
- (6)  $R^{61}$ が水素原子であり、mが4であり、nが1である化合物(Q6)。
- (7)  $R^{61}$ が水素原子であり、mが4であり、nが2である化合物(Q6)。
- (8)  $R^{91}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{92}$ が水素原子であり、m
- 35 が4であり、nが0である化合物(Q9)。
- (9)  $R^{101}$ が水素原子であり、mが4であり、nが0である化合物(Q10)。
- (10)  $R^{101}$ が水素原子であり、mが4であり、nが1である化合物(Q10)。
- (11)  $R^{101}$ が水素原子であり、mが4であり、nが2である化合物(Q10)。

- (12)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が3であり、 $n$ が0である化合物(Q10)。  
(13)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が5であり、 $n$ が0である化合物(Q10)。  
(14)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が6であり、 $n$ が0である化合物(Q10)。  
(15)  $R^{111}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q11)。  
5 (16)  $R^{111}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q11)。  
(17)  $R^{111}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q11)。  
10 (18)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q12)。  
(19)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q13)。  
(20)  $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q13)。  
(21)  $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q13)。  
(22)  $R^{141} \sim R^{143}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q14)。  
15 (23)  $R^{141} \sim R^{143}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q14)。  
(24)  $R^{141} \sim R^{143}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q14)。  
20 (25)  $R^{151}$ が水素原子であり、 $R^{152}$ がハロゲン原子であり、 $R^{153}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q15)。  
(26)  $R^{151}$ が水素原子であり、 $R^{152}$ がハロゲン原子であり、 $R^{153}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q15)。  
(27)  $R^{151}$ が水素原子であり、 $R^{152}$ がハロゲン原子であり、 $R^{153}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q15)。  
25 (28)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q16)。  
(29)  $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q16)。  
(30)  $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q16)。  
(31)  $R^{171} \sim R^{174}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q17)。  
30 (32)  $R^{181}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q18)。  
(33)  $R^{181}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q18)。  
(34)  $R^{191} \sim R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q19)。  
35 (35)  $R^{191} \sim R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q19)。  
(36)  $R^{191} \sim R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q19)。

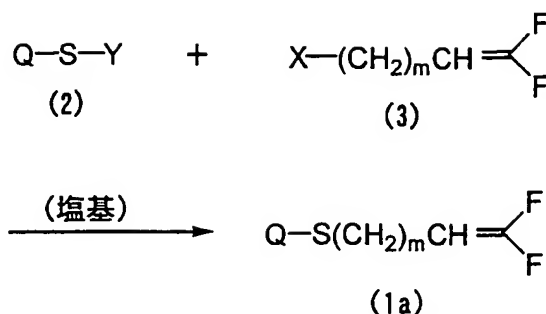
- (37)  $R^{191}$ がハロゲン原子であり、 $R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q19)。
- (38)  $R^{191}$ がハロゲン原子であり、 $R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q19)。
- 5 (39)  $R^{191}$ がハロゲン原子であり、 $R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q19)。
- (40)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がアミノ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q19)。
- (41)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{193}$ がアミノ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1
- 10 である化合物(Q19)。
- (42)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がアミノ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q19)。
- (43)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がニトロ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q19)。
- 15 (44)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がニトロ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q19)。
- (45)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ が炭素原子数1～4個のアルコキシ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q19)。
- (46)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ が炭素原子数1～4個のアルコキシ基であ
- 20 り、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q19)。
- (47)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ が炭素原子数1～4個のアルコキシ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q19)。
- (48)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q20)。
- (49)  $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q20)。
- 25 (50)  $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q20)。

前記の本発明の化合物(1)の合成法を、さらに詳細に述べる。

化合物(1)は、以下に示す合成法1又は2によって合成することができる。

(合成法1)

- 30 化合物(1a)(化合物(1)において、 $n$ が0の場合)は、次に示すように、化合物(2)と化合物(3)とを、溶媒中又は無溶媒で反応させることによって合成することができる。なお、反応は塩基存在下で行うのが好ましいが、 $Y$ がナトリウム原子の場合には、塩基を加えなくてもよい。



式中、Q、X、Y、n、mは、前記と同義である。

原料のモル比は任意に設定できるが、通常、化合物(2) 1モルに対して化合物(3)は0.5～2モルの割合である。

5 溶媒の種類としては、本反応に直接関与しないものであれば特に限定されず、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、メチルナフタリン、石油エーテル、リグロイン、ヘキサン、クロルベンゼン、ジクロルベンゼン、ジクロロメタン、クロロホルム、ジクロルエタン、トリクロルエチレンのような塩素化された又はされていない芳香族、脂肪族、脂環式の炭化水素類；テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテルなどのようなエーテル類、アセトニトリル、プロピオニトリルなどのようなニトリル類、アセトン、メチルエチルケトンなどのようなケトン類、N、N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、スルホラン、N、N-ジメチルイミダゾリジノン、N-メチルピロリドンなどのような非プロトン性極性溶媒；及び前期溶媒の混合物などを挙げることができる。

溶媒の使用量は、化合物(2)が5～80重量%になるようにして使用することができるが；10～70重量%になるようにして使用することが好ましい。

20 塩基の種類としては、特に限定されず、有機及び無機塩基、例えばトリエチルアミンのような第3級アミン、ピリジン、ピペリジンなどのような芳香族或いは非芳香族のヘテロ環、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の水素化物、水酸化物、炭酸塩、炭酸水素塩、ナトリウムメチラート、カリウム-tert-ブトキサイドなどのようなアルカリ金属アルコラートを挙げることができる。

塩基の使用量は、化合物(2)に対して1～5倍モルであるが；好ましくは1.2～2.0倍モルである。

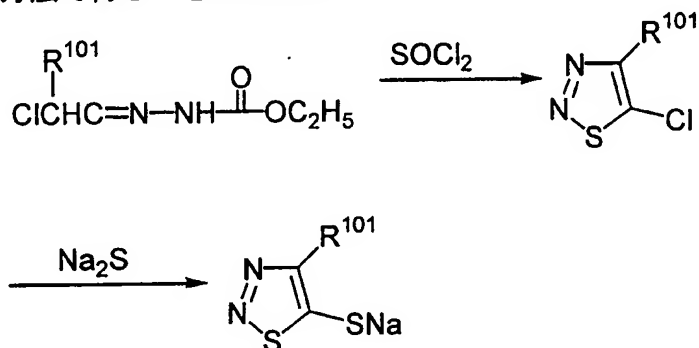
25 反応温度は、特に限定されないが、-20℃から溶媒の沸点以下の温度範囲内であり；好ましくは室温～50℃である。

反応時間は、前記の濃度、温度によって変化するが；通常0.5～5時間である。

30 原料化合物(2)は、市販品として入手するか、公知の方法によって製造することができる。

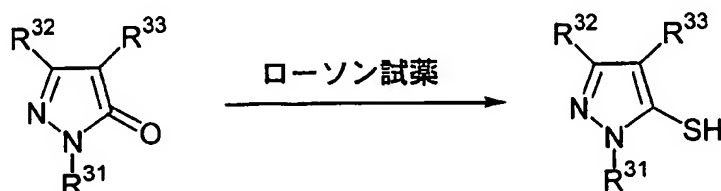
原料化合物(2)において、

例えば、QがQ10の場合、Can. J. Chem., 55 243 (1977)に記載の方法に準じて、次に示すようにして、クロルアセトアルデヒドエトキシカルボニルヒドラゾンにチオニルクロリドを作用させ、次いでメルカプト化する方法で得ることができる。



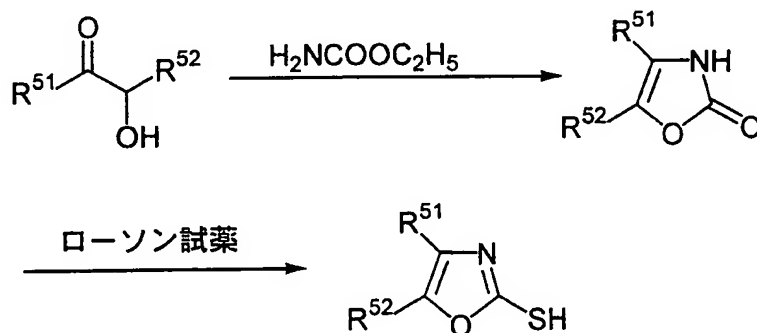
5 式中、 $\text{R}^{101}$ は前記と同義である。

例えば、Q3の場合、次に示すようにしてピラゾロンをメルカプト化する方法で得ることができる。



式中、 $\text{R}^{31} \sim \text{R}^{33}$ は前記と同義である。

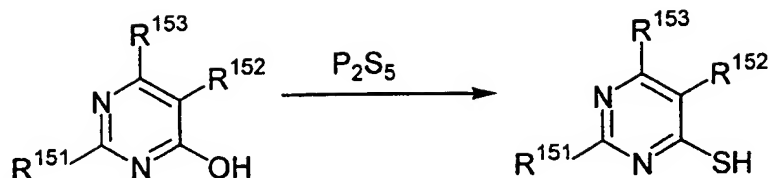
10 例えば、Q5の場合、Chem. Ber., 89, 1762 (1956)記載の方法に準じて、次に示すようにして、オキサゾリン-2-オンを合成し、次いでメルカプト化する方法で得ることができる。



式中、 $\text{R}^{51}$ 及び $\text{R}^{52}$ は前記と同義である。

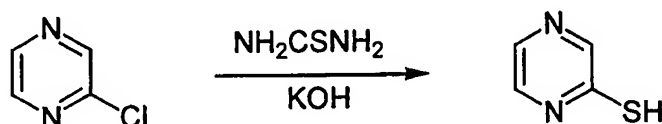
15 例えば、Q15の場合、特願平8-264768号記載の方法に準じて、次に示すようにして、ヒドロキシピリミジンをメルカプト化する方法で得ることができる。

15

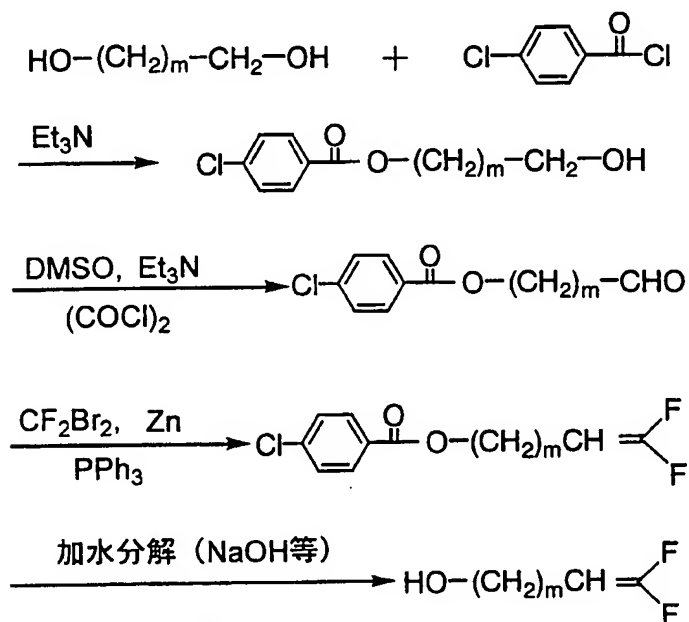


式中、 $\text{R}^{151} \sim \text{R}^{153}$ は前記と同義である。

例えば、Q 1 6 の場合、特開昭 6 3 - 2 0 3 6 3 2 号記載の方法に準じて、  
次に示すようにしてクロロピラジンにチオ尿素を作用し、ついで加水分解する  
5 方法で得ることができる。



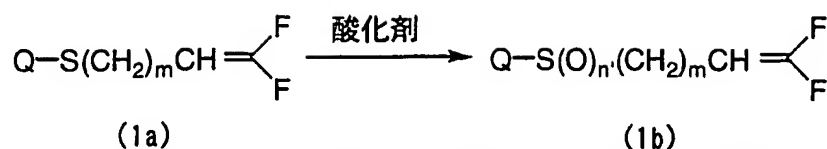
なお、化合物 (3 c) は、以下に示すスキームによって、ジオールを塩基の  
存在下で酸クロリドを作用させモノエステル化した後、J. Org. Chem.,  
43, 2480 (1978) 記載の方法に準じて酸化を行い、続いてChem.  
Lett. 983 (1979) 記載の方法に準じてジフルオロアルケニル化を  
10 行い、次いで加水分解する方法で得ることができる。



式中、 $m$ は前記と同義である。

(合成法 2)

化合物 (1 b) (化合物 (1) において、 $n$  が 1 又は 2 の場合) は、次に示  
15 すように、化合物 (1 a) と酸化剤とを、溶媒中で反応させることによって合  
成することができる。



式中、 $n'$  は1または2であり、 $m$ 及び $Q$ は、前記と同義である。

原料のモル比は任意に設定できるが、通常、化合物(1a) 1モルに対して酸化剤は1～2モルの割合である。

溶媒の種類としては、本反応に直接関与しないものであれば特に限定されず、例えば、前記の合成法1に記載したのと同じ炭化水素類、ニトリル類、ケトン類、非プロトン性極性溶媒、或いはメタノール、エタノールなどのアルコール類、水；そしてそれらの混合物を挙げることができるが；好ましくはハロゲン化炭化水素類、アルコール類、水である。

溶媒の使用量は、化合物(1a)が5～80重量%になるようにして使用することができるが；10～70重量%が好ましい。

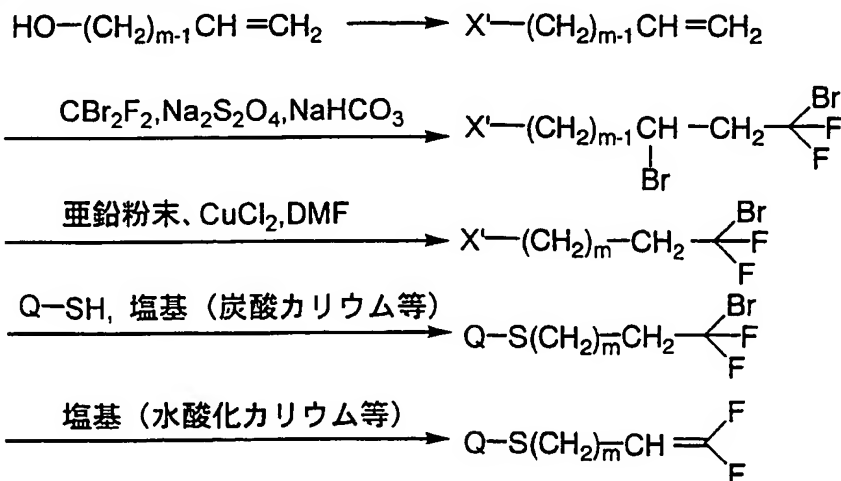
酸化剤の種類は特に限定されず、例えば、 $m$ -クロロ過安息香酸、オキシソ(アルドリッチ社製、 $2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$ )、過酸化水素などを挙げることができる。

反応温度は、特に限定されないが、 $-20^\circ\text{C}$ から溶媒の沸点以下の温度範囲内であり；好ましくは室温～ $70^\circ\text{C}$ である。

反応時間は、前期の濃度、温度によって変化するが；通常0.5～3時間である。

合成法1又は2によって製造された化合物(1)は、抽出、濃縮、ろ過などの通常の後処理を行い、必要に応じて再結晶、各種クロマトグラフィーなどの公知の方法で適宜精製することができる。

化合物(1)は、合成法1及び合成法2の他に、次のスキームによっても合成することができる。



式中、 $X'$  は、メタンスルホニルオキシ又はp-トルエンスルホニルオキシ

シ基を表し；Q及びmは、前記と同義である。

化合物（１）としては、例えば、後述の表２～２１中に示した化合物Ｑ１～Ｑ２０を挙げることができる。

（防除効果）

- 5 本発明の化合物（１）で防除効果が認められる農園芸用の有害生物としては、農園芸害虫（例えば、半翅目（ウンカ類、ヨコバイ類、アブラムシ類、コナジラミ類など）、鱗翅目（ヨトウムシ類、コナガ、ハマキムシ類、メイガ類、シンクイムシ類、モンシロチョウなど）、鞘翅目（ゴミムシダマシ類、ゾウムシ類、ハムシ類、コガネムシ類など）、ダニ目（ハダニ科のミカンハダニ、ナミ
- 10 ハダニなど、フシダニ科のミカンサビダニなど）；線虫（ネコブセンチュウ、シストセンチュウ、ネグサレセンチュウ、シンガレセンチュウ、マツノザイセンチュウなど）；衛生害虫（例えば、ハエ、カ、ゴキブリなど）；屋内ダニ類（例えば、ヒョウヒダニ科のコナヒョウヒダニ、ヤケヒョウヒダニなど、コナダニ科のケナガコナダニ、ムギコナダニなど）；動物寄生性ダニ類（例えば、
- 15 ニクダニ類、ツメダニ類、ホコリダニ類など）；貯穀害虫（コクストモドキ類、マメゾウムシ類など）；農園芸病原菌（例えば、コムギ赤さび病、大麦うどんこ病、キュウリべと病、イネいもち病、トマト疫病など）を挙げることができる。

- 20 本発明の農園芸用の有害生物防除剤は、特に、殺虫・殺ダニ・殺線虫・殺菌効果が顕著であり、化合物（１）の１種以上を有効成分として含有するものである。

- 化合物（１）は、単独で使用することもできるが、通常は常法によって、担体、界面活性剤、分散剤、補助剤、などを配合（例えば、粉剤、乳剤、微粒剤、粒剤、水和剤、油性の懸濁液、エアゾールなどの組成物として調製する）して
- 25 使用することが好ましい。

- 担体としては、例えば、タルク、ベントナイト、クレー、カオリン、ケイソウ土、ホワイトカーボン、バーミキュライト、消石灰、ケイ砂、硫安、尿素などの固体担体；炭化水素（ケロシン、鉱油など）、芳香族炭化水素（ベンゼン、トルエン、キシレンなど）、塩素化炭化水素（クロロホルム、四塩化炭素など）、
- 30 エーテル類（ジオキサン、テトラヒドロフランなど）、ケトン類（アセトン、シクロヘキサノン、イソホロンなど）、エステル類（酢酸エチル、エチレングリコールアセテート、マレイン酸ジブチルなど）、アルコール類（メタノール、n-ヘキサノール、エチレングリコールなど）、極性溶媒（ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドなど）、水などの液体担体；空気、窒素、炭酸ガス、フロンなどの気体担体（この場合には、混合噴射することができる）な
- 35 どを挙げることができる。

本剤の動植物への付着、吸収の向上、薬剤の分散、乳化、展着などの性能を向上させるために使用できる界面活性剤や分散剤としては、例えば、アルコー

ル硫酸エステル類、アルキルスルホン酸塩、リグニンスルホン酸塩、ポリオキシエチレングリコールエーテルなどを挙げることができる。そして、その製剤の性状を改善するためには、例えば、カルボキシメチルセルロース、ポリエチレングリコール、アラビアゴムなどを補助剤として用いることができる。

- 5     本剤の製造では、前記の担体、界面活性剤、分散剤及び補助剤をそれぞれの目的に応じて、各々単独で又は適当に組み合わせて使用することができる。

本発明の化合物(1)を製剤化した場合の有効成分濃度は、乳剤では通常1～50重量％、粉剤では通常0.3～25重量％、水和剤では通常1～90重量％、粒剤では通常0.5～5重量％、油剤では通常0.5～5重量％、エアゾールでは通常0.1～5重量％である。

- 10    これらの製剤を適当な濃度に希釈して、それぞれの目的に応じて、植物茎葉、土壌、水田の水面に散布するか、又は直接施用することによって各種の用途に供することができる。

#### 実施例

- 15    以下、本発明を参考例及び実施例によって具体的に説明する。なお、これらの実施例は、本発明の範囲を限定するものではない。

#### 参考例1

##### (1) 1-メタンスルホニルオキシ-4-ペンテンの合成

- 20    4-ペンテン-1-オール(70g)をジクロロメタン700mlに溶かし、トリエチルアミン(70g)を一度に加えた。

溶液を氷冷し、メタンスルホニルクロライド(103g)を徐々に滴下した。滴下後、室温に戻し3時間撹拌を続けた。

反応終了後、水500mlを加えて分液し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

- 25    減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(ワコーゲルC-200、ヘキサン：酢酸エチル=1：3)で精製することによって、無色透明の目的物を120g得た。

##### (2) 1-メタンスルホニルオキシ-4-ブromo-6,6,6-ブromoジフルオロヘキサンの合成

- 30    1-メタンスルホニルオキシ-4-ペンテン(40g)をアセトニトリル1000mlに溶かし、水300mlを加えた。

更にハイドロサルファイトナトリウム(51g)、炭酸水素ナトリウム(25g)、ジブromoジフルオロメタン(77g)を順に加え、室温で3時間撹拌した。

- 35    反応終了後、水300mlを加えて分液し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

減圧下で溶媒を留去し、得られた黄色液体(52g)をそのまま次の反応に用いた。

(3) 1-メタンスルホニルオキシ-6, 6, 6-ブロモジフルオロヘキサンの合成

1-メタンスルホニルオキシ-4-ブromo-6, 6, 6-ブロモジフルオロヘキサン (45 g) をジメチルホルムアミド 200 ml に溶かし、亜鉛粉末 (8.8 g)、塩化第二銅 (1.2 g) を順に加え、室温で3時間撹拌した。

反応溶液を冷やした5%塩酸水溶液 200 ml へ加え、酢酸エチルで抽出した。

有機層を水洗後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (ワコーゲル C-200, ヘキサン: 酢酸エチル = 1:1) で精製することによって、褐色液体の目的物を 11 g 得た。

(4) 5-(6, 6, 6-ブロモジフルオロヘキサニルチオ)-1, 2, 3-チアジアゾールの合成

1-メタンスルホニルオキシ-6, 6, 6-ブロモジフルオロヘキサン (50 g) をアセトン 50 ml に溶かし、5-メルカプト-1, 2, 3-チアジアゾールナトリウム塩 (5.0 g) を加え、40℃で3時間撹拌した。

析出物をろ過し、そのろ液を減圧下で濃縮して、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (ワコーゲル C-200, ヘキサン: 酢酸エチル = 9:1 で溶出) で精製することによって、黄色液体である目的物を 2.2 g 得た。

(5) 5-(6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ)-1, 2, 3-チアジアゾールの合成

5-(6, 6, 6-ブロモジフルオロヘキサニルチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール (1.5 g) をジメチルホルムアミド 10 ml に溶かし、粉末水酸化カリウム 1.5 g を加えて室温で3時間撹拌した。

反応終了後、水 10 ml を加えて酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (ワコーゲル C-200, ヘキサン: 酢酸エチル = 9:1) で精製することによって、無色透明液体の目的物を 0.8 g 得た。

#### 参考例 2

(1) 1-(p-クロロベンゾイルオキシ)-5-ペンタノールの合成

1, 5-ペンタンジオール (100 g) をテトラヒドロフラン 400 ml に溶かし、トリエチルアミン (110 g) を加えた。

更に、氷冷下、p-クロロベンゾイルクロライド (84 g) を滴下して加えた。滴下後、室温に戻して2時間撹拌した。

反応終了後、水 300 ml を加えてトルエンで抽出し、水洗した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲル

カラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，トルエン：酢酸エチル＝9：1～1：1）で精製することによって、無色透明液体の目的物を80 g得た。

（2）1-（p-クロロベンゾイルオキシ）-5-ペンタナールの合成

- 5     オギザリルクロライド（37.8 g）をジクロロメタン400 mlに溶かし、溶液を冷却して-60℃にした。

まず、ジメチルスルホキシド（25.7 g）をジクロロメタン80 mlに溶かした溶液を滴下して加え、次に1-（p-クロロベンゾイルオキシ）-5-ペンタノール（40.0 g）をジクロロメタン160 mlに溶かした溶液を滴下して加えた。

- 10    15分攪拌後、更にトリエチルアミン（83 g）を滴下して加え、5分攪拌した。

反応終了後、室温に戻し、水500 mlを加えて分液した。

無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

- 15    減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，トルエン：酢酸エチル＝9：1）で精製することによって、黄色透明液体の目的物を40 g得た。

（3）1-（p-クロロベンゾイルオキシ）-6,6-ジフルオロ-5-ヘキセンの合成

- 20    1-（p-クロロベンゾイルオキシ）-5-ペンタナール（40 g）とジブロモジフルオロメタン（70 g）をジメチルアセトアミド100 mlに溶かし、0℃に冷却した。

トリフェニルホスフィン（87 g）をジメチルアセトアミド100 mlに溶かした溶液を滴下して加えた。滴下後、室温に戻して30分攪拌した。

- 25    更に、亜鉛粉末（21 g）を加えて90～100℃で2時間攪拌した。

放冷後、水200 mlを加えトルエンで抽出し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，ヘキサン：酢酸エチル＝9：1）で精製することによって、黄色透明液体の目的物を25 g得た。

- 30    （4）1-ヒドロキシ-6,6-ジフルオロ-5-ヘキセンの合成

1-（p-クロロベンゾイルオキシ）-6,6-ジフルオロ-5-ヘキセン（15 g）をエタノール100 mlに溶かし、水酸化ナトリウム（2.5 g）を水10 mlに溶かした水溶液を滴下して加えて、50℃で3時間加熱攪拌した。

- 35    放冷後、エタノールを減圧留去、ジクロロメタンで抽出し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，ヘキサン：酢酸エチル＝1：1）で精製することによって、黄色透明液体の目的物を6.0 g得た。

## 実施例 1 (化合物 (3b)) の合成

(1) 1-メタンスルホニルオキシ-6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセンの合成

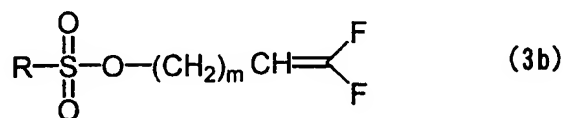
1-ヒドロキシ-6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセン (5.0 g) をジクロロメタン 50 ml に溶かし、トリエチルアミン (3.8 g) を一度に加えた。

溶液を氷冷し、メタンスルホニルクロライド (4.5 g) を徐々に滴下した。滴下後、室温に戻し 3 時間撹拌を続けた。

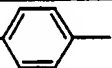
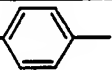
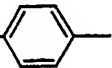
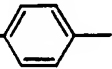
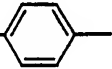
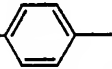
反応終了後、水 50 ml を加えて分液し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (ワコーゲル C-200, ヘキサン:酢酸エチル=2:1) で精製することによって、無色透明の目的物を 6.0 g 得た。

表 1



15

化合物	R	m	物 性
3b-1	CH <sub>3</sub>	3	$n_D^{19.9}$ 1.4057
3b-2	CH <sub>3</sub>	4	$n_D^{20.0}$ 1.4378
3b-3	CH <sub>3</sub>	5	$n_D^{20.2}$ 1.4226
3b-4	CH <sub>3</sub>	6	
3b-5	CH <sub>3</sub>	7	
3b-6	CH <sub>3</sub>	8	
3b-7	CH <sub>3</sub> - 	3	
3b-8	CH <sub>3</sub> - 	4	$n_D^{20.0}$ 1.4895
3b-9	CH <sub>3</sub> - 	5	
3b-10	CH <sub>3</sub> - 	6	
3b-11	CH <sub>3</sub> - 	7	
3b-12	CH <sub>3</sub> - 	8	

## 実施例 2 (化合物 (1)) の合成

(1) 2-(6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ)チアゾール(化合物(Q6)の化合物(6-1))の合成

- 2-メルカプトチアゾール(1.11g)をアセトン20mlに溶かし、1-メタンスルホニルオキシ-6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセン(2.35g)、  
5 炭酸カリウム(1.50g)を順に加えて、40℃で3時間撹拌した。

反応終了後、析出物をろ過し、そのろ液を減圧下で濃縮して、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(ワコーゲルC-200, ヘキサン:酢酸エチル=9:1で溶出)で精製することによって、黄色液体である目的物を1.65g得た。

- 10 (2) 5-(6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール(化合物(Q10)の化合物(10-1))の合成

5-メルカプト-1, 2, 3-チアジアゾールナトリウム塩(1.02g)をアセトン20mlに懸濁させ、室温撹拌下に1-メタンスルホニルオキシ-6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセン(1.10g)を滴下した。

- 15 滴下後、更に3時間撹拌を続けた。

析出物をろ過し、そのろ液を減圧下で濃縮して、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(ワコーゲルC-200, トルエンで溶出)で精製することによって黄色液体である目的物を0.88g得た。

- 20 (3) 5-(6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセニルスルフィニル)-1, 2, 3-チアジアゾール(化合物(Q10)の化合物(10-2))の合成及び5-(6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセニルスルホニル)-1, 2, 3-チアジアゾール(化合物(Q10)の化合物(10-3))の合成

- 25 5-(6, 6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール(1.00g)をジクロロメタン10mlに溶かし、メタクロロ過安息香酸(1.40g)を室温で徐々に加えた。

1時間撹拌後、15%水酸化ナトリウム水溶液を加えて洗浄し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

- 30 減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(ワコーゲルC-200, トルエン:酢酸エチル=10:1~2:1)で精製することによって、対応するスルホン体(0.25g)及びスルフィニル体(0.85g)を得た。

(4) 5-(8, 8-ジフルオロ-7-オクテニルチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール(化合物(Q10)の化合物(10-25))の合成

- 35 5-メルカプト-1, 2, 3-チアジアゾールナトリウム塩(0.89g)をアセトン20mlに懸濁させ、室温撹拌下に1-メタンスルホニルオキシ-8, 8-ジフルオロ-7-オクテン(1.03g)を滴下した。

滴下後、更に3時間撹拌を続けた。

析出物をろ過し、そのろ液を減圧下で濃縮して、得られた残渣をシリカゲル

カラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，トルエンで溶出）で精製することによって黄色液体である目的物を1.15 g得た。

（5）2-（6，6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ）ベンゾオキサゾール（化合物（Q18）の化合物（18-1））の合成

- 5 2-メルカプトベンゾオキサゾール（1.80 g）をアセトン100 mlに溶かし、1-メタンスルホニルオキシ-6，6-ジフルオロ-5-ヘキセン（2.02 g）、炭酸カリウム（1.60 g）を順に加えて、40℃で3時間撹拌した。反応終了後、析出物をろ過し、そのろ液を減圧下で濃縮して、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，ヘキサン：酢酸エチル=20：1で溶出）で精製することによって、無色透明の液体である目的物を2.15 g得た。

（6）2-（6，6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ）-6-エトキシベンゾチアゾール（化合物（Q19）の化合物（19-13））の合成

- 15 2-メルカプト-6-エトキシベンゾチアゾール（2.25 g）をアセトン100 mlに溶かし、1-メタンスルホニルオキシ-6，6-ジフルオロ-5-ヘキセン（2.02 g）、炭酸カリウム（1.85 g）を順に加えて、40℃で3時間撹拌した。反応終了後、析出物をろ過し、そのろ液を減圧下で濃縮して、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，ヘキサン：酢酸エチル=20：1で溶出）で精製することによって、無色透明の液体である目的物を2.30 g得た。

（7）2-（6，6-ジフルオロ-5-ヘキセニルスルフィニル）-6-エトキシベンゾチアゾール（化合物（Q19）の化合物（19-14））の合成および2-（6，6-ジフルオロ-5-ヘキセニルスルホニル）-6-エトキシベンゾチアゾール（化合物（Q19）の化合物（19-15））の合成

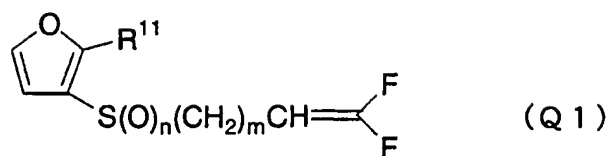
- 25 2-（6，6-ジフルオロ-5-ヘキセニルチオ）-6-エトキシベンゾチアゾール（1.42 g）をジクロロメタン30 mlに溶かし、メタクロロ過安息香酸（1.48 g）を室温で徐々に加えた。1時間撹拌後、飽和炭酸水素ナトリウム水溶液を加えて洗浄し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ワコーゲルC-200，トルエン：酢酸エチル=10：1～2：1）で精製することによって、いずれも白色の固体である対応するスルホン体（0.60 g）およびスルフィニル体（0.85 g）を得た。

（8）表2～21中のその他の化合物（1）の合成

- 35 前記（1）～（5）に記載の方法に準じて、表2～21中のその他の化合物（1）（化合物（Q1）～（Q20））を合成した。

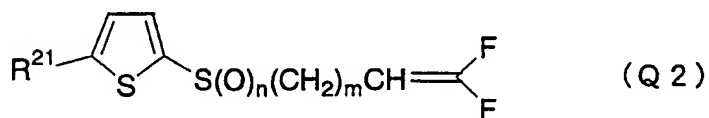
以上のように合成した化合物（1）及びそれらのNMR値を表22～34に示す。

表 2



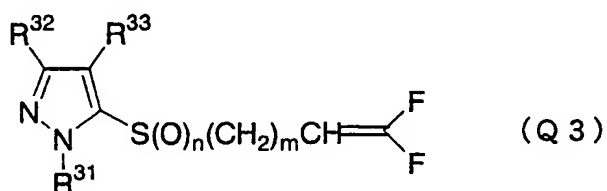
化合物	R <sup>11</sup>	m	n	物 性
1-1	CH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 14997
1-2	CH <sub>3</sub>	4	1	
1-3	CH <sub>3</sub>	4	2	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 14783

表 3



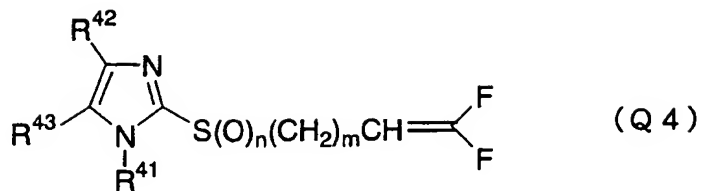
化合物	R <sup>21</sup>	m	n	物 性
2-1	H	4	0	表 2 2 参照
2-2	H	4	1	
2-3	H	4	2	
2-4	CHO	4	0	
2-5	CHO	4	1	
2-6	CHO	4	2	

表 4



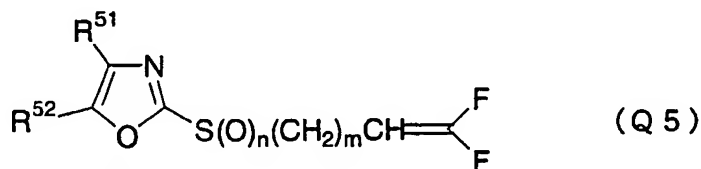
化合物	R <sup>31</sup>	R <sup>32</sup>	R <sup>33</sup>	m	n	物 性
3-1	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>19.5</sup> 14910
3-2	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.7</sup> 15016
3-3	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	4	2	n <sub>D</sub> <sup>19.6</sup> 14832
3-4	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>26.5</sup> 15174
3-5	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>26.5</sup> 15289
3-6	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	4	2	n <sub>D</sub> <sup>26.5</sup> 14968

表 5



化合物	R 41	R 42	R 43	m	n	物 性
4-1	H	H	H	4	0	$n_D^{20.0}$ 1.5125
4-2	H	H	H	4	1	
4-3	H	H	H	4	2	
4-4	CH <sub>3</sub>	H	H	4	0	$n_D^{20.0}$ 1.5005
4-5	CH <sub>3</sub>	H	H	4	1	$n_D^{20.2}$ 1.5058
4-6	CH <sub>3</sub>	H	H	4	2	$n_D^{20.0}$ 1.4932
4-7	H	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	4	0	mp 57-59°C
4-8	H	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	4	1	
4-9	H	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	4	2	
4-10	CH <sub>3</sub>	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	4	0	$n_D^{23.5}$ 1.5081
4-11	CH <sub>3</sub>	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	4	1	
4-12	CH <sub>3</sub>	-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	4	2	

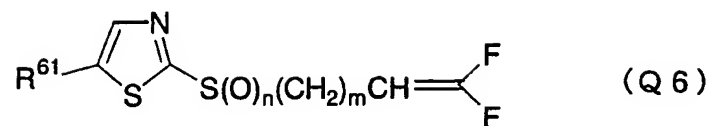
表 6



5

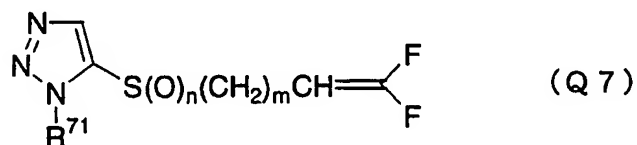
化合物	R 51	R 52	m	n	物 性
5-1	H	H	4	0	
5-2	H	H	4	1	
5-3	H	H	4	2	
5-4	H	CH <sub>3</sub>	4	0	
5-5	H	CH <sub>3</sub>	4	1	
5-6	H	CH <sub>3</sub>	4	2	
5-7	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	0	$n_D^{19.9}$ 1.4862
5-8	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	1	$n_D^{20.0}$ 1.4908
5-9	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	2	$n_D^{20.0}$ 1.4788

表 7



化合物	R <sup>61</sup>	m	n	物 性
6-1	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.3</sup> 15268
6-2	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 15272
6-3	H	4	2	n <sub>D</sub> <sup>19.8</sup> 15106
6-4	Cl	4	0	n <sub>D</sub> <sup>19.8</sup> 15378
6-5	Cl	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 15353
6-6	Cl	4	2	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 15214
6-7	Br	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15559
6-8	Br	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.1</sup> 15504
6-9	Br	4	2	n <sub>D</sub> <sup>20.1</sup> 15389

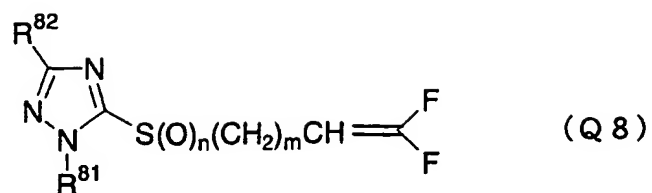
表 8



5

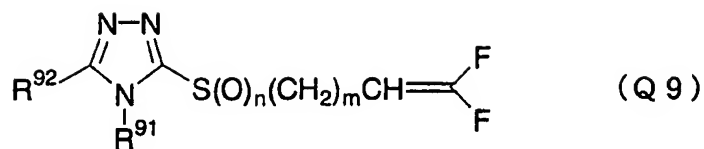
化合物	R <sup>71</sup>	m	n	物 性
7-1	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 14922
7-2	H	4	1	
7-3	H	4	2	
7-4	CH <sub>3</sub>	4	0	
7-5	CH <sub>3</sub>	4	1	
7-6	CH <sub>3</sub>	4	2	

表 9



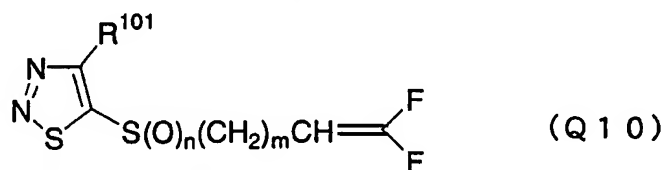
化合物	R <sup>81</sup>	R <sup>82</sup>	m	n	物 性
8-1	H	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	0	mp 112-114°C
8-2	H	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	1	
8-3	H	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	2	
8-4	CH <sub>3</sub>	H	4	0	
8-5	CH <sub>3</sub>	H	4	1	
8-6	CH <sub>3</sub>	H	4	2	
8-7	CH <sub>3</sub>	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.4</sup> 1.4843
8-8	CH <sub>3</sub>	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.1</sup> 1.4837
8-9	CH <sub>3</sub>	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	2	
8-10	Et	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.3</sup> 1.4795
8-11	Et	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	1	
8-12	Et	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	2	
8-13	-CON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.7</sup> 1.4925
8-14	-CON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	1	
8-15	-CON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	4	2	mp 70-72°C

表 10



化合物	R <sup>91</sup>	R <sup>92</sup>	m	n	物 性
9-1	H	H	4	0	
9-2	H	H	4	1	
9-3	H	H	4	2	
9-4	CH <sub>3</sub>	H	4	0	mp 43-45°C
9-5	CH <sub>3</sub>	H	4	1	
9-6	CH <sub>3</sub>	H	4	2	
9-7	CH <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 1.4584
9-8	CH <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub>	4	1	
9-9	CH <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub>	4	2	

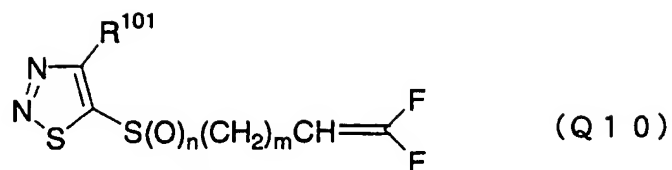
表 11



5

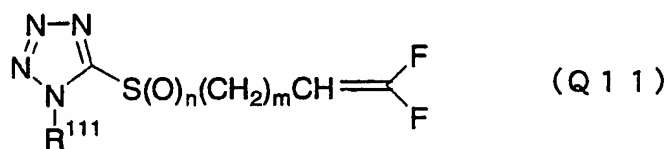
化合物	R <sup>101</sup>	m	n	物 性
10-1	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.3</sup> 1.5273
10-2	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.8</sup> 1.5336
10-3	H	4	2	n <sub>D</sub> <sup>19.6</sup> 1.5068
10-4	CH <sub>3</sub>	4	0	
10-5	CH <sub>3</sub>	4	1	
10-6	CH <sub>3</sub>	4	2	
10-7	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	0	
10-8	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	1	
10-9	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	2	
10-10	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	4	0	
10-11	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	4	1	
10-12	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	4	2	
10-13	t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	4	0	

表 1 1 (続き)



化合物	R 101	m	n	物 性
10-14	t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	4	1	
10-15	t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	4	2	
10-16	Ph	4	0	
10-17	Ph	4	1	
10-18	Ph	4	2	
10-19	H	3	0	$n_D^{19.6}$ 15426
10-20	H	3	1	
10-21	H	3	2	
10-22	H	5	0	$n_D^{19.9}$ 15210
10-23	H	5	1	
10-24	H	5	2	
10-25	H	6	0	$n_D^{19.9}$ 15235
10-26	H	6	1	
10-27	H	6	2	
10-28	H	10	0	$n_D^{19.6}$ 15260
10-29	H	10	1	
10-30	H	10	2	

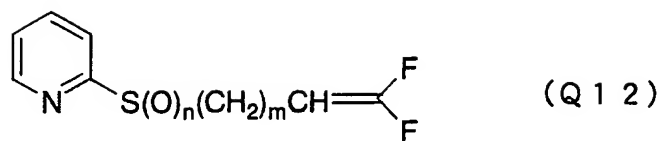
表 1 2



5

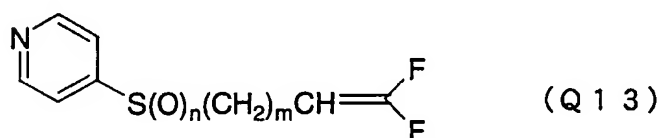
化合物	R 111	m	n	物 性
11-1	H	4	0	
11-2	H	4	1	
11-3	H	4	2	
11-4	CH <sub>3</sub>	4	0	$n_D^{20.4}$ 14861
11-5	CH <sub>3</sub>	4	1	$n_D^{20.1}$ 14914
11-6	CH <sub>3</sub>	4	2	$n_D^{20.5}$ 14766

表 1 3



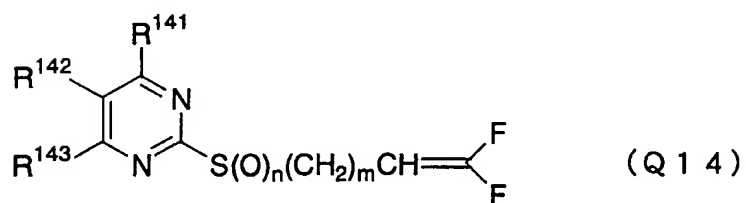
化合物	m	n	物 性
12-1	4	0	$n_D^{20.0}$ 15216
12-2	4	1	$n_D^{18.3}$ 15172
12-3	4	2	

表 1 4



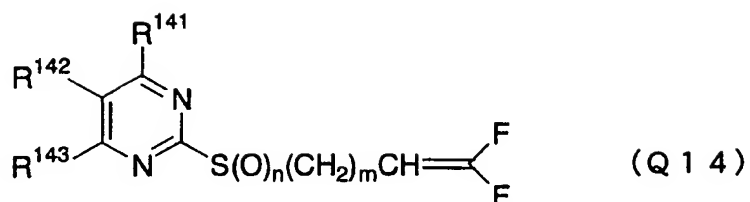
化合物	m	n	物 性
13-1	4	0	$n_D^{19.6}$ 15195
13-2	4	1	$n_D^{14.7}$ 15244
13-3	4	2	$n_D^{18.8}$ 15112

表 1 5



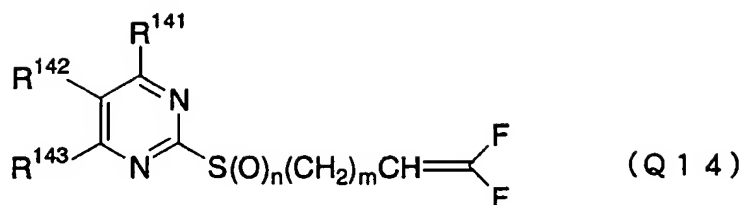
化合物	R 141	R 142	R 143	m	n	物 性
14-1	H	H	H	4	0	$n_D^{20.0}$ 15223
14-2	H	H	H	4	1	$n_D^{20.0}$ 15204
14-3	H	H	H	4	2	$n_D^{20.0}$ 15025
14-4	CH <sub>3</sub>	H	H	4	0	$n_D^{20.4}$ 15160
14-5	CH <sub>3</sub>	H	H	4	1	$n_D^{20.2}$ 15154
14-6	CH <sub>3</sub>	H	H	4	2	

表 15 (続き)



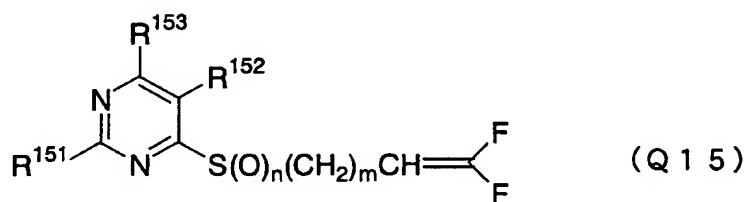
化合物	R 141	R 142	R 143	m	n	物 性
14-7	CF <sub>3</sub>	H	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 14740
14-8	CF <sub>3</sub>	H	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.4</sup> 14782
14-9	CF <sub>3</sub>	H	H	4	2	mp 47-48°C
14-10	-OCH <sub>3</sub>	H	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.4</sup> 15129
14-11	-OCH <sub>3</sub>	H	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15503
14-12	-OCH <sub>3</sub>	H	H	4	2	
14-13	-OCH <sub>3</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.3</sup> 15110
14-14	-OCH <sub>3</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.6</sup> 15141
14-15	-OCH <sub>3</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	4	2	n <sub>D</sub> <sup>20.5</sup> 14999
14-16	-OCH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	H	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 14752
14-17	-OCH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	H	H	4	1	
14-18	-OCH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	H	H	4	2	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15210
14-19	CN	H	H	4	0	mp 92-97°C
14-20	CN	H	H	4	1	
14-21	CN	H	H	4	2	
14-22	-CONH <sub>2</sub>	H	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>25.8</sup> 15988
14-23	-CONH <sub>2</sub>	H	H	4	1	mp 131-133°C
14-24	-CONH <sub>2</sub>	H	H	4	2	mp 139-141°C
14-25	NH <sub>2</sub>	H	NH <sub>2</sub>	4	0	mp 71-72°C
14-26	NH <sub>2</sub>	H	NH <sub>2</sub>	4	1	mp 161-163°C
14-27	NH <sub>2</sub>	H	NH <sub>2</sub>	4	2	mp 182-186°C
14-28	H	CH <sub>3</sub>	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 15196
14-29	H	CH <sub>3</sub>	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 15189
14-30	H	CH <sub>3</sub>	H	4	2	n <sub>D</sub> <sup>21.9</sup> 15652

表 15 (続き)



化合物	R 141	R 142	R 143	m	n	物 性
14-31	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15107
14-32	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.8</sup> 15094
14-33	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	4	2	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 14966
14-34	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 15182
14-35	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 15196
14-36	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	2	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 15068

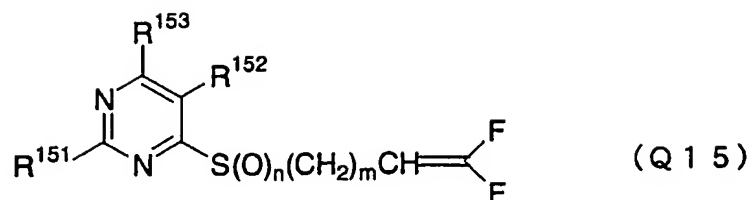
表 16



5

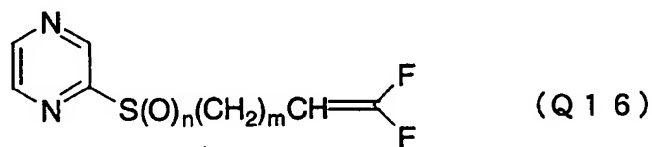
化合物	R 151	R 152	R 153	m	n	物 性
15-1	H	H	H	4	0	
15-2	H	H	H	4	1	
15-3	H	H	H	4	2	
15-4	H	H	-OCH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.1</sup> 15165
15-5	H	H	-OCH <sub>3</sub>	4	1	
15-6	H	H	-OCH <sub>3</sub>	4	2	
15-7	H	H	-CHFCH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15217
15-8	H	H	-CHFCH <sub>3</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.8</sup> 15238
15-9	H	H	-CHFCH <sub>3</sub>	4	2	
15-10	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>19.8</sup> 15203
15-11	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15178
15-12	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	2	
15-13	H	Cl	CH <sub>3</sub>	4	0	
15-14	H	Cl	CH <sub>3</sub>	4	1	

表 16 (続き)



化合物	R 151	R 152	R 153	m	n	物 性
15-15	H	Cl	CH <sub>3</sub>	4	2	
15-16	H	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	0	$n_D^{19.8}$ 15270
15-17	H	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	1	$n_D^{19.8}$ 15257
15-18	H	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	2	$n_D^{20.0}$ 15103
15-19	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	0	$n_D^{21.2}$ 15152
15-20	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	1	$n_D^{20.1}$ 15168
15-21	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	2	$n_D^{19.7}$ 15059
15-22	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	0	$n_D^{21.4}$ 15120
15-23	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	1	$n_D^{20.7}$ 15126
15-24	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	2	$n_D^{19.8}$ 15038
15-25		Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	0	$n_D^{21.5}$ 15333
15-26		Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	1	$n_D^{20.4}$ 15348
15-27		Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	2	$n_D^{19.7}$ 15248
15-28	Ph	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	0	$n_D^{21.0}$ 15829
15-29	Ph	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	1	$n_D^{19.9}$ 15811
15-30	Ph	Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	4	2	mp 76-78°C

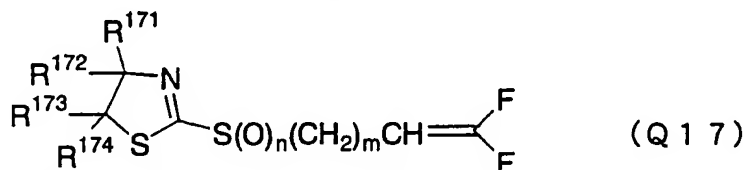
表 17



5

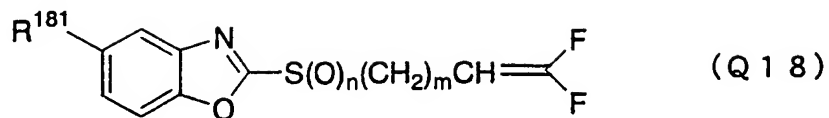
化合物	m	n	物 性
16-1	4	0	$n_D^{20.3}$ 15249
16-2	4	1	$n_D^{20.6}$ 15032
16-3	4	2	$n_D^{20.8}$ 15199

表 18



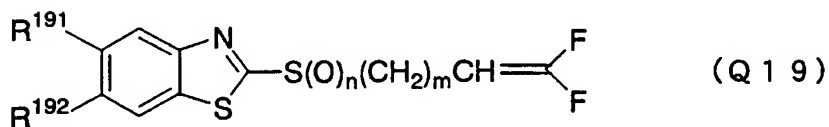
化合物	R 171	R 172	R 173	R 174	m	n	物 性
17-1	H	H	H	H	4	0	$n_D^{19.2}$ 15203
17-2	H	H	H	H	4	1	$n_D^{20.9}$ 15320
17-3	H	H	H	H	4	2	
17-4	CH <sub>3</sub>	H	H	H	4	0	表 3 0 参照
17-5	CH <sub>3</sub>	H	H	H	4	1	表 3 0 参照
17-6	CH <sub>3</sub>	H	H	H	4	2	
17-7	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	H	4	0	表 3 0 参照
17-8	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	H	4	1	表 3 0 参照
17-9	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	H	4	2	
17-10	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	H	H	4	0	表 3 0 参照
17-11	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	H	H	4	1	表 3 0 参照
17-12	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	H	H	4	2	
17-13	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	H	4	0	$n_D^{20.0}$ 15022
17-14	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	H	4	1	$n_D^{20.0}$ 15112
17-15	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	H	4	2	
17-16	H	H	Ph	H	4	0	表 3 1 参照
17-17	H	H	Ph	H	4	1	表 3 1 参照
17-18	H	H	Ph	H	4	2	
17-19	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	0	
17-20	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	1	
17-21	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	4	2	

表 1 9



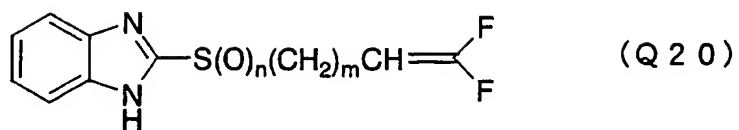
化合物	R <sup>181</sup>	m	n	物 性
18-1	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.2</sup> 15433
18-2	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.0</sup> 15454
18-3	H	4	2	
18-4	Cl	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.4</sup> 15560
18-5	Cl	4	1	n <sub>D</sub> <sup>20.4</sup> 15561
18-6	Cl	4	2	

表 2 0



化合物	R <sup>191</sup>	R <sup>192</sup>	m	n	物 性
19-1	H	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.3</sup> 15823
19-2	H	H	4	1	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 15804
19-3	H	H	4	2	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 15637
19-4	Cl	H	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.5</sup> 15962
19-5	Cl	H	4	1	mp 98-99°C
19-6	Cl	H	4	2	mp 100-101.5°C
19-7	H	NH <sub>2</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.3</sup> 16264
19-8	H	NH <sub>2</sub>	4	1	mp 78-80°C
19-9	H	NH <sub>2</sub>	4	2	mp 144-148°C
19-10	H	NO <sub>2</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>19.9</sup> 16278
19-11	H	NO <sub>2</sub>	4	1	mp 69-70°C
19-12	H	NO <sub>2</sub>	4	2	mp 109.5-111°C
19-13	H	-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	4	0	n <sub>D</sub> <sup>20.5</sup> 15798
19-14	H	-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	4	1	mp 62-63.5°C
19-15	H	-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	4	2	mp 54-56°C

表 2 1



化合物	m	n	物 性
20-1	4	0	mp 108-110°C
20-2	4	1	$n_D^{20.0}$ 1.5556
20-3	4	2	mp 92-94°C

表 22

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
1-1	1.45~1.57 (m, 4H)、1.93~2.00 (m, 2H)、2.33 (s, 3H)、2.61 (t, 2H)、4.04~4.16 (m, 1H)、6.32 (d, 1H)、7.27 (d, 1H)
2-1	1.45~1.68 (m, 4H)、1.94~2.02 (m, 2H)、2.76~2.81 (t, 2H)、4.02~4.18 (m, 1H)、6.96~7.35 (m, 3H)
3-1	1.44~1.65 (m, 4H)、1.95~2.02 (m, 2H)、2.24 (s, 3H)、2.71 (t, 2H)、3.83 (s, 3H)、4.02~4.18 (m, 1H)、6.09 (s, 1H)
3-2	1.52~1.64 (m, 2H)、1.70~1.82 (m, 2H)、2.00~2.08 (m, 2H)、2.29 (s, 3H)、2.90~3.22 (m, 2H)、4.01 (s, 3H)、4.04~4.18 (m, 1H)、6.39 (s, 1H)
3-3	1.44~1.55 (m, 2H)、1.72~1.84 (m, 2H)、1.97~2.05 (m, 2H)、2.29 (s, 3H)、3.10~3.16 (m, 2H)、4.07 (s, 3H)、4.02~4.18 (m, 1H)、6.61 (s, 1H)
4-4	1.40~1.59 (m, 2H)、1.60~1.87 (m, 2H)、1.88~2.08 (m, 2H)、3.06 (t, 2H)、3.61 (s, 3H)、4.06~4.19 (m, 1H)、6.92 (d, 1H)、7.05 (d, 1H)
4-5	1.45~1.89 (m, 4H)、1.95~2.13 (m, 2H)、3.21~3.52 (m, 2H)、3.97 (s, 3H)、4.01~4.25 (m, 1H)、7.02 (s, 1H)、7.17 (s, 1H)
4-6	1.44~1.66 (m, 2H)、1.75~2.20 (m, 4H)、3.38~3.60 (m, 2H)、3.90~4.29 (m, 4H)、7.01 (s, 1H)、7.14 (s, 1H)
5-7	1.37~1.57 (m, 2H)、1.68~1.79 (m, 2H)、1.96~2.05 (m, 2H)、2.05 (s, 3H)、2.20 (s, 3H)、3.10 (t, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)

表 23

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
5-8	1.54~1.62 (m, 2H)、1.73~1.85 (m, 2H)、2.00~2.08 (m, 2H)、2.15 (s, 3H)、2.33 (s, 3H)、3.12~3.33 (m, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)
5-9	1.47~1.58 (m, 2H)、1.80~1.91 (m, 2H)、1.98~2.06 (m, 2H)、2.19 (s, 3H)、2.36 (s, 3H)、3.34 (t, 2H)、4.03~4.19 (m, 1H)
6-1	1.48~1.60 (m, 2H)、1.72~1.84 (m, 2H)、1.97~2.06 (m, 2H)、3.22 (t, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、7.21 (d, 1H)、7.66 (d, 1H)
6-2	1.49~2.06 (m, 6H)、3.03~3.22 (m, 2H)、4.02~4.18 (m, 1H)、7.65 (d, 1H)、7.96 (d, 1H)
6-3	1.46~1.57 (m, 2H)、1.79~2.05 (m, 4H)、3.43 (t, 2H)、4.01~4.17 (m, 1H)、7.75 (d, 1H)、8.06 (d, 1H)
6-4	1.46~1.59 (m, 2H)、1.70~1.81 (m, 2H)、1.97~2.06 (m, 2H)、3.17 (t, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、7.43 (s, 1H)
6-5	1.50~2.07 (m, 6H)、3.01~3.21 (m, 2H)、4.04~4.19 (m, 1H)、7.72 (s, 1H)
6-6	1.47~1.58 (m, 2H)、1.80~1.91 (m, 2H)、1.97~2.06 (m, 2H)、3.39 (t, 2H)、4.02~4.18 (m, 1H)、7.84 (s, 1H)
6-7	1.46~1.57 (m, 2H)、1.71~1.81 (m, 2H)、1.97~2.06 (m, 2H)、3.18 (t, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、7.53 (s, 1H)
6-8	1.50~2.06 (m, 6H)、3.01~3.21 (m, 2H)、4.04~4.19 (m, 1H)、7.72 (s, 1H)

表 24

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
6-9	1.49~1.56 (m, 2H)、1.81~1.89 (m, 2H)、1.99~2.05 (m, 2H)、3.37~3.41 (m, 2H)、4.05~4.16 (m, 1H)、7.94 (s, 1H)
7-1	1.44~1.50 (m, 2H)、1.60~1.68 (m, 2H)、1.94~1.99 (m, 2H)、3.08 (t, 2H)、4.05~4.16 (m, 1H)、7.77 (s, 1H)、14.23~14.35 (m, 1H)
10-1	1.51~1.60 (m, 2H)、1.72~1.83 (m, 2H)、1.98~2.08 (m, 2H)、3.06 (t, 2H)、4.05~4.21 (m, 1H)、8.43 (s, 1H)
10-2	1.52~2.08 (m, 6H)、3.06~3.14 (m, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、8.85 (s, 1H)
10-3	1.48~1.59 (m, 2H)、1.79~1.91 (m, 2H)、1.98~2.07 (m, 2H)、3.29~3.34 (t, 2H)、4.02~4.18 (m, 1H)、9.04 (s, 1H)
10-19	1.78~1.89 (m, 2H)、2.12~2.18 (m, 2H)、3.04~3.09 (t, 2H)、4.07~4.23 (m, 1H)、8.44 (s, 1H)
10-22	1.41~1.52 (m, 4H)、1.71~1.81 (m, 2H)、1.96~2.03 (m, 2H)、3.03~3.09 (t, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、8.43 (s, 1H)
10-25	1.34~1.48 (m, 6H)、1.72~1.79 (m, 2H)、1.95~1.99 (m, 2H)、3.04~3.08 (t, 2H)、4.06~4.17 (m, 1H)、8.43 (s, 1H)
10-28	1.30~1.45 (m, 16H)、1.70~1.80 (m, 2H)、3.06 (t, 2H)、4.44~4.74 (m, 1H)、8.42 (s, 1H)

表 25

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
11-4	1.49~1.61 (m, 2H)、1.78~1.90 (m, 2H)、1.99~2.08 (m, 2H)、3.33~3.38 (t, 2H)、3.91 (s, 3H)、4.05~4.21 (m, 1H)
11-5	1.57~2.11 (m, 6H)、3.42~3.47 (m, 2H)、4.05~4.21 (m, 1H)、2.87 (s, 3H)
11-6	1.41~1.66 (m, 2H)、1.91~2.11 (m, 4H)、3.68 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、4.72 (s, 3H)
12-1	1.47~1.58 (m, 2H)、1.67~1.78 (m, 2H)、1.98~2.07 (m, 2H)、3.17 (t, 2H)、4.05~4.21 (m, 1H)、6.93~6.98 (m, 1H)、7.16 (d, 1H)、7.42~7.49 (m, 1H)、8.42 (d, 1H)
12-2	1.50~1.60 (m, 3H)、1.98~2.04 (m, 3H)、2.84~2.95 (m, 1H)、3.06~3.15 (m, 1H)、4.01~4.17 (m, 1H)、7.36~7.41 (m, 2H)、7.91~8.02 (m, 2H)、8.63 (s, 1H)
14-1	1.52~1.60 (m, 2H)、1.71~1.82 (m, 2H)、1.99~2.08 (m, 2H)、3.15 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、6.95 (d-d, 1H)、8.51 (d, 2H)
14-2	1.48~2.05 (m, 6H)、3.02~3.20 (m, 2H)、4.02~4.18 (m, 1H)、7.42 (d-d, 1H)、8.90 (d, 2H)
14-3	1.51~1.62 (m, 2H)、1.84~2.07 (m, 4H)、3.54 (t, 2H)、4.03~4.19 (m, 1H)、7.58 (d-d, 1H)、8.97 (d, 2H)
14-4	1.48~1.59 (m, 2H)、1.69~1.81 (m, 2H)、1.98~2.07 (m, 2H)、3.15 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、6.81 (d, 1H)、8.35 (d, 1H)

表 26

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
14-5	1.48~1.67 (m, 2H)、1.69~2.05 (m, 4H)、2.65 (s, 3H)、3.00~3.17 (m, 2H)、4.02~4.17 (m, 1H)、7.24 (d, 1H)、8.70 (d, 1H)
14-7	1.49~1.60 (m, 2H)、1.72~1.83 (m, 2H)、1.99~2.09 (m, 2H)、3.18 (t, 2H)、4.05~4.22 (m, 1H)、7.15~7.30 (m, 1H)、8.73 (d, 1H)
14-8	1.51~1.68 (m, 2H)、1.78~2.05 (m, 4H)、3.10~3.23 (m, 2H)、4.02~4.17 (m, 1H)、7.76 (d, 1H)、9.21 (d, 1H)
14-9	1.56~1.64 (m, 2H)、1.89~1.99 (m, 2H)、2.00~2.08 (m, 2H)、3.58~3.62 (m, 2H)、4.05~4.22 (m, 1H)、7.90 (d, 1H)、9.25 (d, 1H)
14-10	1.50~1.59 (m, 2H)、1.73~1.83 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、3.14 (t, 2H)、3.96 (s, 3H)、4.05~4.22 (m, 1H)、6.38 (d, 1H)、8.20 (d, 1H)
14-11	1.54~2.05 (m, 6H)、3.03~3.16 (m, 2H)、4.05~4.21 (m, 1H)、4.07 (s, 3H)、6.77 (d, 1H)、8.54 (d, 1H)
14-13	1.44~1.61 (m, 2H)、1.66~1.86 (m, 2H)、1.94~2.15 (m, 2H)、3.07~3.21 (m, 2H)、3.92 (s, 6H)、4.02~4.32 (m, 1H)、5.72 (s, 1H)
14-14	1.42~2.13 (m, 6H)、2.98~3.20 (m, 2H)、3.95~4.22 (m, 7H)、6.05 (s, 1H)
14-15	1.49~1.70 (m, 2H)、1.85~2.15 (m, 4H)、3.42~3.59 (m, 2H)、3.96~4.46 (m, 7H)、6.18 (s, 1H)

表 27

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
14-16	1.50~1.58 (m, 2H)、1.72~1.80 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、3.13 (t, 2H)、4.06~4.19 (m, 1H)、4.77 (q, 2H)、6.52 (d, 1H)、8.31 (d, 1H)
14-18	1.50~1.67 (m, 4H)、1.95~2.05 (m, 2H)、3.01~3.14 (m, 2H)、4.02~4.17 (m, 1H)、4.87~4.96 (m, 2H)、6.93 (d, 1H)、8.66 (d, 1H)
14-19	1.51~1.59 (m, 2H)、1.72~1.80 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、3.19 (t, 2H)、4.07~4.20 (m, 1H)、8.15 (d, 1H)、8.71 (d, 1H)
14-25	1.40~1.48 (m, 2H)、1.55~1.63 (m, 2H)、1.93~2.00 (m, 2H)、2.95 (t, 2H)、4.43~4.55 (m, 1H)、5.13 (s, 1H)、6.03 (s, 4H)
14-26	1.41~1.56 (m, 4H)、1.92~1.98 (m, 2H)、2.80~2.96 (m, 2H)、4.40~4.52 (m, 1H)、5.35 (s, 1H)、6.50 (s, 4H)
14-27	1.42~1.50 (m, 2H)、1.62~1.70 (m, 2H)、1.91~2.00 (m, 2H)、3.33 (t, 2H)、4.41~4.53 (m, 1H)、5.45 (s, 1H)、6.68 (s, 4H)
14-28	1.48~1.59 (m, 2H)、1.70~1.80 (m, 2H)、1.98~2.07 (m, 2H)、2.23 (s, 3H)、3.14 (t, 2H)、4.05~4.22 (m, 1H)、8.35 (s, 2H)
14-29	1.47~2.04 (m, 6H)、2.42 (s, 3H)、2.99~3.16 (m, 2H)、4.01~4.17 (m, 7H)、8.71 (s, 2H)
14-30	1.51~1.59 (m, 2H)、1.69~1.80 (m, 2H)、1.98~2.07 (m, 2H)、2.23 (s, 3H)、3.14 (t, 2H)、4.05~4.21 (m, 1H)、8.35 (s, 2H)

表 28

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
14-31	1.51~1.59 (m, 2H)、1.70~1.81 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、2.39 (s, 6H)、3.15 (t, 2H)、4.07~4.22 (m, 1H)、6.67 (s, 1H)
14-32	1.49~2.05 (m, 6H)、2.58 (s, 6H)、2.98~3.14 (m, 2H)、4.02~4.18 (m, 7H)、7.08 (s, 2H)
14-33	1.51~1.62 (m, 2H)、1.84~2.07 (m, 4H)、2.61 (s, 6H)、3.49~3.55 (m, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、7.23 (s, 1H)
14-34	1.50~1.57 (m, 2H)、1.69~1.77 (m, 2H)、1.98~2.07 (m, 2H)、2.15 (s, 3H)、2.41 (s, 6H)、3.14 (t, 2H)、4.07~4.19 (m, 1H)
14-35	1.48~2.05 (m, 6H)、2.29 (s, 3H)、2.58 (s, 6H)、2.96~3.12 (m, 2H)、4.02~4.18 (m, 7H)
14-36	1.52~1.60 (m, 2H)、1.82~2.06 (m, 4H)、2.32 (s, 3H)、2.61 (s, 6H)、3.47~3.53 (m, 2H)、4.03~4.19 (m, 1H)
15-4	1.49~1.58 (m, 2H)、1.67~1.76 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、3.14 (t, 2H)、3.95 (s, 3H)、4.06~4.21 (m, 1H)、6.56 (s, 1H)、8.56 (s, 1H)
15-7	1.49~1.81 (m, 7H)、2.00~2.09 (m, 2H)、3.22 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、5.84~6.08 (m, 1H)、8.86 (s, 1H)
15-8	1.57~2.09 (m, 9H)、3.05~3.12 (m, 2H)、4.06~4.18 (m, 1H)、5.91~6.13 (m, 1H)、9.32 (s, 1H)

表 29

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
15-10	1.51~1.59 (m, 2H)、1.68~1.79 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、2.20 (s, 3H)、2.47 (s, 3H)、3.21 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、8.71 (s, 1H)
15-11	1.52~1.86 (m, 4H)、1.99~2.10 (m, 2H)、2.48 (s, 3H)、2.59 (s, 3H)、2.92~3.16 (m, 2H)、4.04~4.20 (m, 1H)、9.04 (s, 1H)
15-12	1.57~1.65 (m, 2H)、1.88~1.99 (m, 2H)、2.03~2.11 (m, 2H)、2.63 (s, 3H)、2.64 (s, 3H)、3.58~3.64 (m, 2H)、4.08~4.23 (m, 1H)、8.93 (s, 1H)
15-16	1.29 (t, 3H)、1.49~1.59 (m, 2H)、1.69~1.80 (m, 2H)、1.99~2.08 (m, 2H)、2.87 (q, 2H)、3.19 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、8.72 (s, 1H)
15-17	1.36 (t, 3H)、1.50~2.08 (m, 6H)、2.97~3.08 (m, 4H)、4.04~4.20 (m, 1H)、9.18 (s, 1H)
15-18	1.36 (t, 3H)、1.56~1.66 (m, 2H)、1.90~2.11 (m, 4H)、3.08 (q, 2H)、3.59~3.65 (m, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、9.03 (s, 1H)
16-1	1.49~1.58 (m, 2H)、1.69~1.77 (m, 2H)、1.99~2.06 (m, 2H)、3.18 (t, 2H)、4.07~4.19 (m, 1H)、8.18~8.44 (m, 3H)
16-2	1.35~2.16 (m, 6H)、2.84~3.30 (m, 2H)、4.00~4.22 (m, 1H)、8.60~8.72 (m, 2H)、9.19 (d, 1H)
16-3	1.38~2.25 (m, 6H)、3.29~3.53 (m, 2H)、3.99~4.26 (m, 1H)、8.73~8.90 (m, 2H)、9.31 (d, 1H)

表 30

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
17-1	1.42~1.55 (m, 2H)、1.62~1.75 (m, 2H)、1.95~2.05 (m, 2H)、3.10 (t, 2H)、3.37 (t, 2H)、4.05~4.12 (m, 1H)、4.19 (t, 2H)
17-4	1.35 (d, 3H)、1.45~1.55 (m, 2H)、1.65~1.78 (m, 2H)、1.95~2.06 (m, 2H)、2.98~3.15 (m, 3H)、3.48 (t, 1H)、4.03~4.22 (m, 1H)、4.45~4.59 (m, 1H)
17-5	1.44~1.56 (m, 5H)、1.73~1.82 (m, 2H)、1.99~2.06 (m, 2H)、3.01~3.19 (m, 4H)、4.07~4.18 (m, 1H)、4.51~5.04 (m, 1H)
17-7	0.94~1.06 (m, 3H)、1.60~1.80 (m, 6H)、1.95~2.05 (m, 2H)、2.65~3.15 (m, 3H)、3.44 (d-d, 1H)、4.00~4.35 (m, 2H)、4.45~4.59 (m, 1H)
17-8	0.94~2.05 (m, 10H)、2.30~3.35 (m, 4H)、3.35~3.45 (m, 2H)、4.04~4.21 (m, 1H)
17-10	0.96 (d, 3H)、1.04 (d, 3H)、1.44~1.58 (m, 2H)、1.66~1.76 (m, 2H)、1.90~2.05 (m, 3H)、3.00~3.20 (m, 3H)、3.32~3.41 (m, 1H)、4.04~4.23 (m, 2H)
17-11	0.94~1.09 (m, 6H)、1.49~2.05 (m, 7H)、2.63~3.70 (m, 4H)、4.05~4.25 (m, 2H)
17-13	1.37 (s, 6H)、1.40~1.56 (m, 2H)、1.65~1.76 (m, 2H)、1.96~2.04 (m, 2H)、3.06 (t, 2H)、3.16 (s, 2H)、4.05~4.20 (m, 1H)
17-14	1.39 (s, 3H)、1.42~1.55 (m, 2H)、1.57 (s, 3H)、1.72~1.83 (m, 2H)、1.99~2.07 (m, 2H)、2.97~3.25 (m, 4H)、4.05~4.21 (m, 1H)

表 31

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
17-16	1.48~1.55 (m, 2H)、1.70~1.79 (m, 2H)、1.99~2.05 (m, 2H)、3.11~3.16 (m, 2H)、4.05~4.22 (m, 1H)、4.30~4.37 (m, 1H)、4.49~4.56 (m, 1H)、5.03~5.07 (m, 1H)、7.24~7.35 (m, 5H)
17-17	1.51~1.57 (m, 2H)、1.76~1.83 (m, 2H)、2.01~2.07 (m, 2H)、3.05~3.24 (m, 2H)、4.06~4.20 (m, 1H)、4.56~4.95 (m, 3H)、7.17~7.20 (m, 1H)、7.31~7.39 (m, 1H)
18-1	1.52~1.63 (m, 2H)、1.81~1.92 (m, 2H)、2.01~2.09 (m, 2H)、3.32 (t, 2H)、4.07~4.23 (m, 1H)、7.20~7.31 (m, 2H)、7.42~7.45 (m, 1H)、7.58~7.62 (m, 1H)
18-2	1.58~2.09 (m, 6H)、3.33~3.41 (m, 2H)、4.05~4.20 (m, 1H)、7.42~7.52 (m, 2H)、7.64~7.68 (m, 1H)、7.82~7.85 (m, 1H)
18-3	1.51~1.62 (m, 2H)、1.80~1.91 (m, 2H)、2.01~2.09 (m, 2H)、3.30 (t, 2H)、4.06~4.22 (m, 1H)、7.18~7.22 (m, 1H)、7.35 (d, 1H)、7.57 (d, 1H)
18-4	1.59~2.09 (m, 6H)、3.33~3.40 (m, 2H)、4.04~4.19 (m, 1H)、7.44~7.47 (m, 1H)、7.59 (d, 1H)、7.82 (d, 1H)
19-1	1.52~1.62 (m, 2H)、1.80~1.91 (m, 2H)、2.01~2.09 (m, 2H)、3.36 (t, 2H)、4.07~4.23 (m, 1H)、7.24~7.31 (m, 1H)、7.38~7.44 (m, 1H)、7.76 (d, 1H)、7.87 (d, 1H)
19-2	1.50~1.82 (m, 4H)、1.90~2.07 (m, 2H)、3.15~3.30 (m, 2H)、4.03~4.18 (m, 1H)、7.47~7.61 (m, 2H)、8.00~8.08 (m, 2H)

表 3 2

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
19-3	1. 49~1. 61 (m, 2H)、1. 86~2. 06 (m, 4H)、3. 52 (t, 2H)、4. 02~4. 18 (m, 1H)、7. 58~7. 69 (m, 2H)、8. 01~8. 05 (m, 1H)、8. 21~8. 24 (m, 1H)
19-4	1. 51~1. 62 (m, 2H)、1. 79~1. 90 (m, 2H)、2. 00~2. 09 (m, 2H)、3. 35 (t, 2H)、4. 07~4. 23 (m, 1H)、7. 25~7. 28 (m, 1H)、7. 65 (d, 1H)、7. 85 (d, 1H)
19-5	1. 52~1. 75 (m, 4H)、1. 94~2. 07 (m, 2H)、3. 12~3. 32 (m, 2H)、4. 02~4. 18 (m, 1H)、7. 46~7. 50 (m, 1H)、7. 93 (d, 1H)、8. 06 (d, 1H)
19-6	1. 50~1. 61 (m, 2H)、1. 85~2. 06 (m, 4H)、3. 49~3. 55 (m, 2H)、4. 02~4. 18 (m, 1H)、7. 50~7. 60 (m, 1H)、7. 96 (d, 1H)、8. 21 (d, 1H)
19-7	1. 49~1. 61 (m, 2H)、1. 76~1. 87 (m, 2H)、1. 98~2. 07 (m, 2H)、3. 28 (t, 2H)、3. 31 (s, 2H)、4. 05~4. 22 (m, 1H)、6. 74~6. 78 (m, 1H)、7. 01 (d, 1H)、7. 65 (d, 1H)
19-8	1. 50~1. 82 (m, 4H)、1. 87~2. 06 (m, 2H)、3. 11~3. 24 (m, 2H)、4. 02~4. 18 (m, 3H)、6. 87~6. 91 (m, 1H)、7. 18 (d, 1H)、7. 82 (d, 1H)
19-9	1. 55~2. 06 (m, 6H)、3. 21~3. 33 (m, 2H)、4. 05~4. 20 (m, 3H)、6. 93~6. 97 (m, 1H)、7. 14 (d, 1H)、7. 96 (d, 1H)
19-10	1. 53~1. 64 (m, 2H)、1. 82~1. 93 (m, 2H)、2. 03~2. 12 (m, 2H)、3. 41 (t, 2H)、4. 07~4. 23 (m, 1H)、7. 90 (d, 1H)、8. 28~8. 32 (m, 1H)、8. 68 (d, 1H)
19-11	1. 53~1. 75 (m, 4H)、1. 97~2. 08 (m, 2H)、3. 17~3. 37 (m, 2H)、4. 03~4. 19 (m, 1H)、8. 18 (d, 1H)、8. 43~8. 47 (m, 1H)、8. 97 (d, 1H)

表 33

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
19-12	1.52~1.63 (m, 2H)、1.88~2.08 (m, 4H)、3.54~3.60 (m, 2H)、4.02~4.18 (m, 1H)、8.35 (d, 1H)、8.49~8.53 (m, 1H)、8.99 (d, 1H)
19-13	1.44 (t, 3H)、1.50~1.61 (m, 2H)、1.77~1.88 (m, 2H)、2.00~2.08 (m, 2H)、3.31 (t, 2H)、4.03~4.22 (m, 3H)、6.98~7.02 (m, 1H)、7.22 (d, 1H)、7.74 (d, 1H)
19-14	1.45~1.75 (m, 7H)、1.91~2.06 (m, 2H)、3.13~3.26 (m, 2H)、4.03~4.18 (m, 3H)、7.13~7.17 (m, 1H)、7.41 (d, 1H)、7.93 (d, 1H)
19-15	1.46~1.59 (m, 5H)、1.84~2.05 (m, 4H)、3.48 (t, 2H)、4.01~4.17 (m, 3H)、7.20~7.24 (m, 1H)、7.38 (d, 1H)、8.07 (d, 1H)
20-1	1.32~1.42 (m, 2H)、1.70~1.80 (m, 2H)、1.88~1.95 (m, 2H)、3.30 (t, 2H)、3.92~4.05 (m, 1H)、7.18~7.22 (m, 2H)、7.50~7.55 (m, 2H)、11.85 (s, 1H)
20-2	1.48~1.58 (m, 2H)、1.62~2.04 (m, 4H)、3.20~3.38 (m, 2H)、4.00~4.14 (m, 1H)、7.30~7.38 (m, 2H)、7.60 (d, 1H)、7.80 (d, 1H)、11.80 (s, 1H)
20-3	1.46~1.58 (m, 2H)、1.81~1.91 (m, 2H)、1.98~2.03 (m, 2H)、3.51 (t, 2H)、4.01~4.18 (m, 1H)、7.40~7.50 (m, 2H)、7.60 (d, 1H)、7.89 (d, 1H)、10.37 (s, 1H)
3b-1	1.80~1.89 (m, 2H)、2.10~2.18 (m, 2H)、3.02 (s, 3H)、4.09~4.26 (m, 3H)

表 3 4

化合物	$^1\text{H-NMR}$ (270MHz), $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (ppm)
3b-2	1.48~1.56 (m, 2H)、1.72~1.80 (m, 2H)、2.00~2.05 (m, 2H)、3.01 (s, 3H)、4.08~4.26 (m, 3H)
3b-3	1.38~1.47 (m, 4H)、1.70~1.80 (m, 2H)、1.97~2.05 (m, 2H)、3.01 (s, 3H)、4.08~4.25 (m, 3H)
3b-8	1.35~1.46 (m, 2H)、1.60~1.70 (m, 2H)、1.89~1.98 (m, 2H)、2.45 (s, 3H)、3.98~4.14 (m, 3H)、7.35 (d, 2H)、7.79 (d, 2H)

## 実施例 3 (製剤の調製)

## 5 (1) 粒剤の調製

化合物(1) 5重量部、ベントナイト35重量部、タルク57重量部、ネオペレックスパウダー(商品名;花王株式会社製)1重量部及びリグニンスルホン酸ソーダ2重量部を均一に混合し、次いで少量の水を添加して混練した後、造粒、乾燥して粒剤を得た。

## 10 (2) 水和剤の調製

化合物(1) 10重量部、カオリン70重量部、ホワイトカーボン18重量部、ネオペレックスパウダー(商品名;花王株式会社製)1.5重量部及びデモール(商品名;花王株式会社製)0.5重量部を均一に混合し、次いで粉砕して水和剤を得た。

## 15 (3) 乳剤の調製

化合物(1) 20重量部及びキシレン70重量部に、トキサノン(商品名;三洋化成工業製)10重量部を加えて均一に混合し、溶解して乳剤を得た。

## (4) 乳剤の調製

20 化合物(1)の粉5重量部、タルク50重量部及びカオリン45重量部を均一に混合して粉剤を得た。

## 実施例 4 (効力試験)

## (1) コナガに対する効力試験

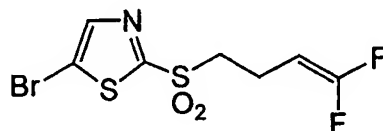
25 実施例3に準じて調製した表2~21に示す化合物(1)の各水和剤を界面活性剤(0.01%)を含む水で300ppmに希釈し、これらの各薬液中にキャベツ葉片(5×5cm)を30秒間浸漬し、各プラスチックカップに一枚づつ入れて風乾した。

次に、これらのカップ内に各々10頭のコナガ(3齢幼虫)を放って蓋をし、

25℃の定温室に放置し、2日後に各カップの生死虫数を数えて死虫率を求めた。

殺虫効果の評価は、死虫率の範囲によって、4段階（A：100%，B：100未満～80%，C：80未満～60%，D：60%未満）で示した。

- 5    なお、本発明の化合物と同様の試験方法で、比較化合物1を使用した。  
       比較化合物1は、WO 95/24403に記載された化合物番号V11.1  
       6であり、次式；



で示される。

これらの結果を表35に示す。

10

表 3 5

化合物	効果
10-1	B
比較化合物1	D

## (2) トビイロウンカに対する効力試験

- 15    実施例3に準じて調製した表2～21に示す化合物(1)の各水和剤を界面  
       活性剤(0.01%)を含む水で300ppmに希釈し、これらの各薬液中に  
       イネ稚苗を30秒間浸漬し、風乾後、それぞれのガラス円筒に挿入した。

次に、これらのガラス円筒に各々10頭のトビイロウンカ(4齢幼虫)を放ち、多孔質の蓋をし、25℃の定温室に放置し、4日後に各ガラス円筒の生死虫数を数えて死虫率を求めた。

- 20    殺虫効果の評価の結果を、前記の(1)に記載した4段階の評価方法で表3  
       6に示す。

表 3 6

化合物	効 果	化合物	効 果
2-1	B	15-16	A
4-4	A	16-1	A
4-5	A	16-2	A
4-6	A	16-3	A
6-1	A	17-1	A
6-2	A	18-1	A
6-3	A	18-2	A
10-1	A	18-4	A
10-2	A	18-5	A
10-3	A	19-1	A
10-25	A	19-2	A
11-4	A	19-3	A
11-5	A	19-4	A
11-6	A	19-5	A
13-1	A	19-6	A
13-2	A	19-7	A
13-3	A	19-8	A
14-1	A	19-9	A
14-2	A	19-10	A
14-3	A	20-2	A
15-15	A	3b-2	A

## (3) ツマグロヨコバイに対する効力試験

- 5 実施例3に準じて調製した表2～21に示す化合物(1)の各水和剤を界面活性剤(0.01%)を含む水で各々300ppmに希釈し、これらの各薬液中にイネ稚苗を30秒間づつ浸漬して風乾後、それぞれのガラス円筒に挿入した。

- 次に、各円筒にツマグロヨコバイ4齢幼虫を10頭放って多孔質の栓をし、  
 10 25℃の定温室に放置し、4日後に生死虫数を数えて殺虫率を求めた。

殺虫効果の評価の結果を、前記の(1)に記載した4段階の評価方法で表37に示す。

表 3 7

化合物	効 果	化合物	効 果
4-6	A	11-6	A
6-1	A	12-1	A
6-2	A	13-1	A
6-3	A	13-2	A
10-1	A	13-3	A
10-2	A	14-1	A
10-3	A	14-2	A
10-25	A	15-16	A
15-19	A	16-1	A
18-5	A	16-2	A
18-6	A	16-3	A
11-4	A	17-1	A
11-5	A		

## (4) ヒラタコクヌストモドキに対する効力試験

- 5 実施例 3 に準じて調製した表 2 ～ 21 に示す化合物 (1) の各水和剤を界面活性剤 (0.01%) を含む水で各々 500 ppm に希釈し、これらの各薬液 1 ml を各プラスチックカップ内の濾紙 (直径 7.8 cm, 1 枚) にまんべんなく滴下して風乾した。

- 10 これらのカップ内に各々 10 頭のヒラタコクヌストモドキ (成虫) を放って蓋をし、25℃の定温室に放置し、5 日後に各カップ内の生死虫数を数えて殺虫率を求めた。

殺虫効果の評価の結果を、比較化合物 1 を用いて、前記の (1) に記載した 4 段階の評価方法で表 38 に示す。

表 3 8

化合物	効 果	化合物	効 果
2-1	A	18-1	A
10-1	A	18-2	A
12-1	A	18-4	A
14-1	A	18-5	A
15-16	A	19-2	A
16-1	A	19-10	B
17-1	A	比較化合物1	D

## 5 (5) ハスモンヨトウに対する効力試験

実施例3に準じて調製した表2～21に示す化合物(1)の各水和剤を界面活性剤(0.01%)を含む水で500ppmに希釈し、これらの各薬液中に、ダイズ本葉を30秒間浸漬し、プラスチックカップに入れた。

風乾後、ハスモンヨトウ2齢幼虫10頭を放ち、蓋をして25℃定温室に放置して、2日後に生死虫数を数えて死虫率を求めた。

殺虫効果の評価の結果を、比較化合物1を用いて、前記の(1)に記載した4段階の評価方法で表39に示す。

表 3 9

化合物	効 果	化合物	効 果
6-1	A	14-1	A
10-25	A	15-16	A
18-4	A	15-17	B
18-6	A	16-1	A
11-4	A	17-1	A
11-5	A	比較化合物1	D
13-1	B		

## 15 (6) ナミハダニ雌成虫に対する効力試験

実施例3に準じて調製した表2～21に示す化合物(1)の各水和剤を界面活性剤(0.01%)を含む水で300ppmに希釈し、これらの各薬液中に、  
20 10頭のナミハダニ雌成虫を寄生させた各インゲン葉片(直径20mm)を15秒間づつ浸漬した。

次に、これらの各葉片を25℃の定温室に放置し、3日後に各葉片における生死虫数を数えて殺ダニ率を求めた。

殺ダニ効果の評価は、殺ダニ率の範囲によって、4段階（A：100%，B：100未満～80%，C：80未満～60%，D：60%未満）で示した。

5 これらの結果を表40に示す。

表 40

化合物	効 果	化合物	効 果
4-4	B	18-1	A
10-1	A	18-4	A
10-2	A	18-5	A
10-3	B	19-1	A
10-25	A	19-2	A
11-4	B	19-3	A
13-1	A	19-4	A
13-2	B	19-8	A
14-1	B	19-10	A
14-2	A	19-11	A
15-16	A	19-13	A
15-17	B	19-15	A
17-1	A	3b-2	B

10 (7) ナミハダニ卵に対する効力試験

実施例3に準じて調製した表2～21に示す化合物(1)の各水和剤を界面活性剤(0.01%)を含む水で300ppmに希釈し、これらの各薬液中に5頭のナミハダニ雌成虫を24時間寄生産卵させた後に成虫を除去した各インゲン葉片(直径20mm)を15秒間づつ浸漬した。

15 次に、これらの各葉片を25℃の定温室に放置し、7日後に各葉片における孵化幼虫数を数えて殺卵率を求めた。

殺卵効果の評価は、比較化合物1も用いて、殺卵率の範囲によって、4段階（A：100%，B：100未満～80%，C：80未満～60%，D：60%未満）で示した。

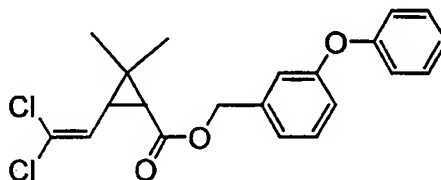
20 これらの結果を表41に示す。

表 4 1

化合物	効 果	化合物	効 果
4-4	A	18-1	A
10-1	A	18-2	A
10-2	A	18-4	A
10-3	A	18-5	A
10-25	A	19-1	A
13-1	A	19-2	A
13-2	B	19-3	A
13-3	B	19-4	A
14-1	A	19-6	A
14-2	A	19-8	A
15-16	A	19-10	A
15-17	A	19-15	A
17-1	A	比較化合物1	D

## (8) ケナガコナダニに対する効力試験

- 5 長さ2.5 cm、幅0.5 cmのろ紙に、表2～21に示す化合物のアセトン溶液を0.01～0.1 g/m<sup>2</sup>含浸させ、風乾して防ダニシートを得た。  
 各ろ紙片2枚を6 ml容の各スクリュウキャップ付き管瓶に入れ、各々10頭のケナガコナダニを放って、2日後にダニの生死虫数を数え死虫率を求めた。  
 殺ダニ効果の判定は、死虫率の範囲により4段階（A：95%以上、B：95未満～90%、C：90未満～50%、D：50%未満）で示した。  
 10 なお、本発明の化合物と同様の試験方法で、比較化合物1及び2を使用した。  
 なお、比較化合物2は、ペルメトリン（商品名；アディオン）であり、  
 次式；



- 15 で示される。  
 これらの結果を表42に示す。

表 4 2

化 合 物	効 果	
	含浸量 (g/m <sup>2</sup> )	
	0. 1	0. 0 1
6 - 1	A	A
6 - 2	A	D
1 0 - 1	A	A
1 0 - 2	A	D
1 0 - 3	A	D
1 0 - 2 2	A	D
1 0 - 2 5	A	B
1 8 - 2	A	D
1 9 - 7	A	D
1 9 - 1 0	A	D
比較化合物 1	A	D
比較化合物 2	D	D

## (9) サツマイモネコブセンチュウに対する効力試験

- 5     9 6 穴プレート of 各ウエルに、実施例 2 に準じて調製した表 2 ~ 2 1 に示す化合物 (1) の各水和剤を水で各々 3 0 p p m に希釈した薬液を入れ、各ウエルにサツマイモネコブセンチュウの 2 期幼虫約 1 0 0 頭を放った。

次に、2 5 ℃ の定温室に放置し、2 日後に顕微鏡 (4 0 倍視野) で生死虫数を数えて殺センチュウ率を求めた。

- 10    殺センチュウ効果の評価の結果は、殺センチュウ率の範囲によって、4 段階 (A : 1 0 0 %, B : 1 0 0 未満 ~ 8 0 %, C : 8 0 未満 ~ 6 0 %, D : 6 0 % 未満) で示した。

これらの結果を表 4 3 に示す。

表 4 3

化合物	効 果	化合物	効 果
2-1	A	14-1	A
4-5	B	14-2	A
4-6	B	14-3	A
6-1	A	15-17	A
6-2	A	15-18	A
6-3	A	16-1	A
9-4	A	16-2	B
10-1	A	16-3	A
10-2	A	17-1	A
10-3	A	18-2	A
10-19	A	18-5	A
10-25	A	19-2	A
11-4	A	19-3	A
11-5	A	19-7	A
11-6	A	19-11	A
12-1	A	19-14	A
13-1	A	19-15	A
13-2	A	3b-2	A
13-3	A		

(10) トビイロウンカに対するイネ水耕効力試験（浸透移行性）

- 5 実施例3に準じて調製した表2～21に示す化合物(1)の各水和剤を三角フラスコに秤取り、界面活性剤(0.01%)を含む水で100ppmに希釈した。次いで、イネ稚苗の根を良く水洗し、根だけを薬液に浸した。その後、ガラス円筒をセットし、トビイロウンカ4齢幼虫10頭を放ち、ガーゼで栓をして25℃の恒温室に放置した。4日後に生死虫数を数え、死虫率を求めた。

- 10 殺虫効果の評価は、100%のものをA、100未満～80%のものをB、80未満～60%のものをC、60%未満のものをDとして表示した。

これらの結果を表44に示す。

表 4 4

化 合 物	効 果	化 合 物	効 果	化 合 物	効 果
1-1	A	13-3	A	15-21	A
2-1	A	14-2	A	15-23	A
3-1	B	14-3	A	15-26	A
3-3	A	14-5	A	15-29	A
3-4	A	14-7	A	16-1	B
3-5	A	14-8	A	16-2	B
3-6	A	14-9	A	16-3	B
4-4	A	14-10	A	17-1	A
4-5	B	14-11	A	17-2	A
4-10	A	14-14	A	17-4	A
5-7	A	14-15	A	17-5	A
5-8	A	14-18	A	17-8	A
6-4	A	14-22	A	17-11	A
6-5	A	14-23	A	17-13	A
6-6	B	14-25	A	17-14	A
8-1	A	14-28	B	17-16	A
8-7	A	14-29	A	17-17	A
8-13	A	14-30	A	18-1	A
8-15	A	14-32	A	18-2	A
10-1	B	14-33	B	18-5	A
10-2	A	14-35	A	19-1	A
10-3	A	14-36	B	19-2	A
10-25	A	15-4	B	19-3	A
11-4	A	15-7	A	19-8	A
11-5	A	15-8	A	19-10	A
11-6	A	15-11	A	19-11	A
13-1	A	15-17	A	19-12	A
13-2	A	15-20	A	19-14	A

(11) コナガに対するキャベツポット土壌処理効力試験 (浸透移行性)

- 5 実施例 3 に準じて調製した表 2 ~ 21 に示す化合物 (1) の各水和剤を界面活性剤 (0.01%) を含む水で 500 ppm に希釈した薬液 20 ml を、7 ~ 8 葉期のポット植えのキャベツの株元に灌注し、ガラス温室内に放置した。7 日後、葉を切り取り、プラスチックカップに入れた。その後、コナガ 3 齢幼

虫10頭を放ち、蓋をして25℃の定温室に放置した。2日後に生死虫数を数え、死虫率を求めた。

殺虫効果の評価は、100%のものをA、100未満～80%のものをB、80未満～60%のものをC、60%未満のものをDとして表示した。

- 5 これらの結果を表45に示す。

表 4 5

化 合 物	効 果	化 合 物	効 果	化 合 物	効 果
4-5	A	11-5	A	14-32	A
5-8	A	13-2	A	14-33	A
6-1	B	14-1	B	15-20	A
6-5	A	14-2	A	15-26	A
10-1	A	14-3	A	17-14	A
10-2	A	14-8	A	19-3	A
10-3	A	14-9	A	19-10	A

- 10 (12) 抗菌試験

PDA（ポテトデキストロース寒天）培地に、最終濃度20ppmとなるように供試薬剤のアセトン溶液を混入させ平板培地を作製した。

- 15 予めPDA平板培地に生育させたスモモ灰星病菌、イネいもち病菌及び灰色かび病菌の菌叢をメスで1mm四方に切り取り、作製した薬剤入り平板培地へ接種した。

25℃、暗黒下で3日間培養し、薬剤無添加区と菌叢直径を比較することで防除価を求めた。

- 20 この防除価をもとに0～5の6段階評価を行った（0：0～10未満%、1：10～45未満%、2：45～70未満%、3：70～85未満%、4：85～95未満%、5：95～100%）。

これらの結果を表46に示す。

表 4 6

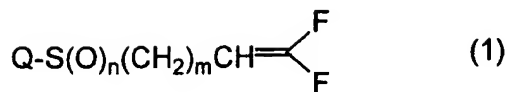
化合物	効 果		
	スモモ灰星病菌 ( <i>Monilinia fructicola</i> )	イネいもち病菌 ( <i>Pyricularia oryzae</i> )	灰色かび病菌 ( <i>Botrytis cinerea</i> )
6-1	3	1	1
10-1	3	2	2
10-19	3	1	1
10-22	5	5	3
10-25	5	3	3

## 産業上の利用可能性

- 5 本発明の新規なジフルオロアルケン誘導体は、優れた農園芸用の有害生物防除効果を有するものである。

## 請求の範囲

## 1. 次式(1) :

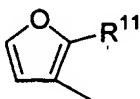


式中、

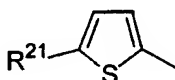
5  $m$ は、3～14の整数を表し；

$n$ は、0～2の整数を表し；そして

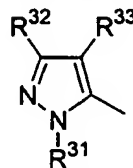
$Q$ は、次式で示すQ1～Q20のいずれか1つを表す；



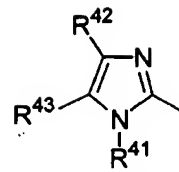
Q1



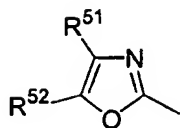
Q2



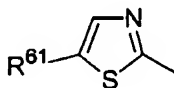
Q3



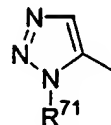
Q4



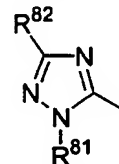
Q5



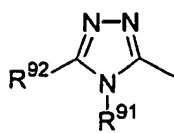
Q6



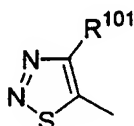
Q7



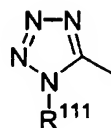
Q8



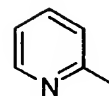
Q9



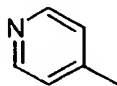
Q10



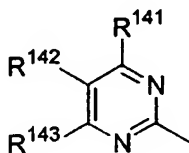
Q11



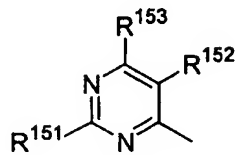
Q12



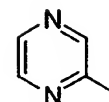
Q13



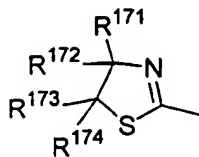
Q14



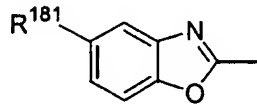
Q15



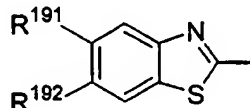
Q16



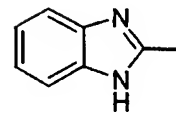
Q17



Q18



Q19



Q20

式中、 $R^{11}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し；

$R^{21}$ は、水素原子またはホルミル基を表し； $R^{31}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{32}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{33}$ は、水素原子またはニトロ基を表し； $R^{41}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し；  
 5  $R^{42}$ は、水素原子または $-COR^{44}$ を表し； $R^{43}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{44}$ は、炭素原子数1～4個のアルコキシ基を表し； $R^{51}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{52}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{61}$ は、水素原子またはハロゲン原子を表し； $R^{71}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{81}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基または $-COR^{83}$ を表し； $R^{82}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{83}$ は、ジメチルアミノ基を表し； $R^{91}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{92}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のハロアルキル基を表し； $R^{101}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基を表し； $R^{111}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{141}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のハロアルキル基、炭素原子数1～4個のアルコキシ基、炭素原子数1～4個のハロアルコキシ基、アミノ基、シアノ基または $-COR^{144}$ を表し； $R^{142}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{143}$ は水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のアルコキシ基またはアミノ基を表し； $R^{144}$ はアミノ基を表し； $R^{151}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基を表し； $R^{152}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはハロゲン原子を表し； $R^{153}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のハロアルキル基または炭素原子数1～4個のアルコキシ基を表し； $R^{171}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{172}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{173}$ は、水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基またはフェニル基を表し； $R^{174}$ は、水素原子または炭素原子数1～4個のアルキル基を表し； $R^{181}$ は、水素原子またはハロゲン原子を表し； $R^{191}$ は、水素原子またはハロゲン原子を表し； $R^{192}$ は、水素原子、アミノ基、ニトロ基または炭素原子数1～4個のアルコキシ基を表す、  
 35 で示されるジフルオロアルケン誘導体。

2. 式(1)で示される化合物が、

(1)  $R^{21}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q2)；

- (2)  $R^{41}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q4)；
- (3)  $R^{41}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q4)；
- 5 (4)  $R^{41}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q4)；
- (5)  $R^{61}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q6)；
- (6)  $R^{61}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q6)；
- (7)  $R^{61}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q6)；
- 10 (8)  $R^{91}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $R^{92}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q9)；
- (9)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q10)；
- (10)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q10)；
- (11)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q10)；
- 15 (12)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が3であり、 $n$ が0である化合物(Q10)；
- (13)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が5であり、 $n$ が0である化合物(Q10)；
- (14)  $R^{101}$ が水素原子であり、 $m$ が6であり、 $n$ が0である化合物(Q10)；
- (15)  $R^{111}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q11)；
- 20 (16)  $R^{111}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q11)；
- (17)  $R^{111}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q11)；
- (18)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q12)；
- 25 (19)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q13)；
- (20)  $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q13)；
- (21)  $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q13)；
- (22)  $R^{131} \sim R^{134}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q14)；
- 30 (23)  $R^{131} \sim R^{134}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q14)；
- (24)  $R^{131} \sim R^{134}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q14)；
- (25)  $R^{151}$ が水素原子であり、 $R^{152}$ がハロゲン原子であり、 $R^{153}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q15)；
- 35 (26)  $R^{151}$ が水素原子であり、 $R^{152}$ がハロゲン原子であり、 $R^{153}$ が炭素原子数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q15)；
- (27)  $R^{151}$ が水素原子であり、 $R^{152}$ がハロゲン原子であり、 $R^{153}$ が炭素原子

- 数1～4個のアルキル基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q15)；  
(28)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q16)；  
(29)  $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q16)；  
(30)  $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q16)；  
5 (31)  $R^{171} \sim R^{174}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q17)；  
(32)  $R^{181}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q18)；  
(33)  $R^{181}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q18)；  
(34)  $R^{191} \sim R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q  
10 19)；  
(35)  $R^{191} \sim R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q  
19)；  
(36)  $R^{191} \sim R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q  
19)；  
15 (37)  $R^{191}$ がハロゲン原子であり、 $R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$   
が0である化合物(Q19)；  
(38)  $R^{191}$ がハロゲン原子であり、 $R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$   
が1である化合物(Q19)；  
(39)  $R^{191}$ がハロゲン原子であり、 $R^{192}$ が水素原子であり、 $m$ が4であり、 $n$   
20 が2である化合物(Q19)；  
(40)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がアミノ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0  
である化合物(Q19)；  
(41)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がアミノ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1  
である化合物(Q19)；  
25 (42)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がアミノ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が2  
である化合物(Q19)；  
(43)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がニトロ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が0  
である化合物(Q19)；  
(44)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ がニトロ基であり、 $m$ が4であり、 $n$ が1  
30 である化合物(Q19)；  
(45)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ が炭素原子数1～4個のアルコキシ基であ  
り、 $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q19)；  
(46)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ が炭素原子数1～4個のアルコキシ基であ  
り、 $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q19)；  
35 (47)  $R^{191}$ が水素原子であり、 $R^{192}$ が炭素原子数1～4個のアルコキシ基であ  
り、 $m$ が4であり、 $n$ が2である化合物(Q19)；  
(48)  $m$ が4であり、 $n$ が0である化合物(Q20)；  
(49)  $m$ が4であり、 $n$ が1である化合物(Q20)；及び

(50) mが4であり、nが2である化合物 (Q 2 0)  
から成る群より選択されたものである請求の範囲第 1 項記載のジフルオロアル  
ケン誘導体。

- 5 3. 式 (1) の化合物が、  
2 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルチオ) チアゾール、  
5 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルチオ) - 1, 2, 3 - チアジアゾ  
ール、  
5 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルスルフィニル) - 1, 2, 3 - チ  
10 アジアゾール、  
5 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルスルホニル) - 1, 2, 3 - チア  
ジアゾール、  
5 - (8, 8 - ジフルオロ - 7 - オクテニルチオ) - 1, 2, 3 - チアジアゾ  
ール、  
15 2 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルチオ) ベンゾオキサゾール、  
2 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルチオ) - 6 - エトキシベンゾチア  
ゾール、  
2 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルスルフィニル) - 6 - エトキシベ  
ンゾチアゾールおよび  
20 2 - (6, 6 - ジフルオロ - 5 - ヘキセニルスルホニル) - 6 - エトキシベン  
ゾチアゾール  
から成る群より選ばれたものである請求の範囲第 1 項記載のジフルオロアルケ  
ン誘導体。

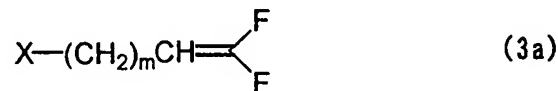
- 25 4. 次式 (2) :



式中、Qは、請求の範囲第 1 項と同義であり；Yは、水素原子又はナト  
リウム原子を表す、

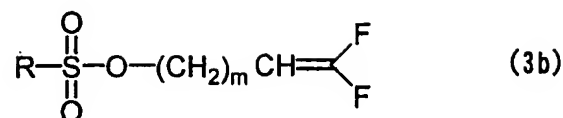
- 30 で示される化合物と

次式 (3 a) :



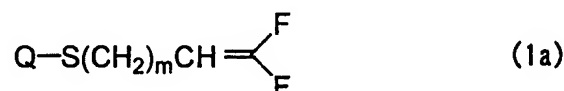
式中、Xは、ハロゲン原子を表し；mは、3 ~ 14 の整数を表す、  
で示される化合物または、

- 35 次式 (3 b) :



式中、Rは、炭素数1～4個のアルキル基、置換または無置換のフェニル基を表し；mは、前記と同義である、  
で示される化合物とを反応させることを特徴とする

5 次式(1a)：

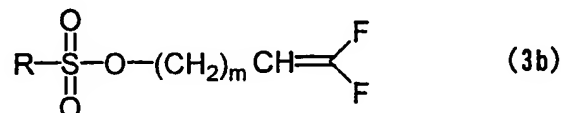


式中、m及びQは、前記と同義である、  
で示されるジフルオロアルケン誘導体の製法。

10 5. 反応が、第3級アミン、芳香族或いは非芳香族のヘテロ環化合物、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の水素化物、水酸化物、炭酸塩、炭酸水素塩及びアルカリ金属アルコラートから選択される塩基の存在下、-20℃から溶媒の沸点以下の温度で0.5～5時間行われる請求の範囲第4項記載のジフルオロアルケン誘導体の製法。

15

6. 次式(3b)：



式中、Rは、炭素数1～4個のアルキル基、置換または無置換のフェニル基を表し；mは、3～14の整数である、

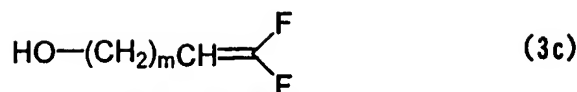
20 で示されるスルホニルオキシ誘導体。

7. Rがメチル基または4-メチルフェニル基であり、mが3～8の整数である請求の範囲第6項記載のスルホニルオキシ誘導体。

25 8. 式(3b)で示される化合物が、1-メタンスルホニルオキシ-6,6-ジフルオロ-5-ヘキセンである請求の範囲第6項記載のスルホニルオキシ誘導体。

9. 次式(3c)：

30



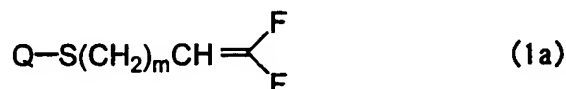
式中、 $m$ は、3～14の整数を表す、  
 で示されるジフルオロアルケニルアルコール誘導体を  
 次式(4)：



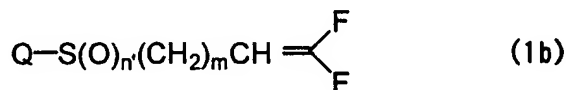
5 式中、 $R$ は、炭素数1～4個のアルキル基、置換または無置換のフェニル基を表す、

で示される塩化スルホニル誘導体と反応させることを特徴とする請求の範囲第6項記載の式(3b)で示されるスルホニルオキシ誘導体の製法。

10 10. 次式(1a)：



式中、 $Q$ 及び $m$ は、請求の範囲第1項と同義である、  
 で示される化合物を酸化剤と反応させることを特徴とする  
 次式(1b)：



15

式中、 $Q$ 及び $m$ は、前記と同義であり； $n'$ は、1又は2を表す、  
 で示されるジフルオロアルケン誘導体の製法。

11. 酸化剤が、 $m$ -クロロ過安息香酸、オキシソ(2  $\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$ )または過酸化水素であり、 $-20^\circ\text{C}$ から溶媒の沸点以下の温度で、  
 20 0.5～3時間反応させる請求の範囲第10項記載のジフルオロアルケン誘導体の製法。

12. 請求の範囲第1項記載の式(1)で示されるジフルオロアルケン誘導体  
 25 を有効成分とする農園芸用の有害生物防除剤。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/01854

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.<sup>6</sup> C07D213/70, 71, 263/46, 58, 235/28, 233/84, 249/04, 12, 257/04,  
239/28, 46, 241/18, 231/18, 16, 307/64, 277/16, 76, 285/06,

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.<sup>6</sup> C07D213/00-71, 263/00-58, 235/00-28, 233/00-84, 249/00-12,  
257/00-04, 239/00-46, 241/00-18, 231/00-18, 307/00-64,

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

REGISTRY (STN), CAPLUS (STN)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP, 9-510197, A (ZENECA LTD), 14 October, 1997 (14. 10. 97) & WO, 95/24403, A1 & EP, 749433, A & US, 5705516, A	1-12 4-11
X Y	JP, 8-504185, A (ZENECA LTD), 7 May, 1996 (07. 05. 96) & WO, 94/06782, A1 & EP, 660830, A & US, 5451594, A	1-3, 12 4-11

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not  
considered to be of particular relevance  
"E" earlier document but published on or after the international filing date  
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is  
cited to establish the publication date of another citation or other  
special reason (as specified)  
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other  
means  
"P" document published prior to the international filing date but later than  
the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority  
date and not in conflict with the application but cited to understand  
the principle or theory underlying the invention  
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be  
considered novel or cannot be considered to involve an inventive step  
when the document is taken alone  
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be  
considered to involve an inventive step when the document is  
combined with one or more other such documents, such combination  
being obvious to a person skilled in the art  
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
1 July, 1999 (01. 07. 99)

Date of mailing of the international search report  
13 July, 1999 (13. 07. 99)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/01854

A. (Continuation) CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A01N41/04, 43/08, 10, 52, 56, 50, 76, 78, 647, 653, 82, 713, 40, 54, 60

B. (Continuation) FIELDS SEARCHED

277/00-76, 285/00-06, A01N41/00-04, 43/00-82

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>6</sup> C07D213/70, 71, 263/46, 58, 235/28, 233/84, 249/04, 12, 257/04, 239/28, 46, 241/18, 231/18, 16, 307/64, 277/16, 76, 285/06, A01N41/04, 43/08, 10, 52, 56, 50, 76, 78, 647, 653, 82, 713, 40, 54, 60

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>6</sup> C07D213/00-71, 263/00-58, 235/00-28, 233/00-84, 249/00-12, 257/00-04, 239/00-46, 241/00-18, 231/00-18, 307/00-64, 277/00-76, 285/00-06, A01N41/00-04, 43/00-82

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)  
REGISTRY (STN), CAPLUS (STN)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP, 9-510197, A (ZENECA LTD) 14. 10月. 1997 (14. 10. 97) &WO, 95/24403, A1 &EP, 749433, A &US, 5705516, A	1-12 4-11
X Y	JP, 8-504185, A (ZENECA LTD) 7. 5月. 1996 (07. 05. 96) &WO, 94/06782, A1 &EP, 660830, A &US, 5451594, A	1-3, 12 4-11

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

01. 07. 99

国際調査報告の発送日

13.07.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

齋藤 恵

印

4 P

9164

電話番号 03-3581-1101 内線 3490